

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC

**THÈSE PRÉSENTÉE À
L'UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À TROIS-RIVIÈRES**

**COMME EXIGENCE PARTIELLE
DU DOCTORAT EN GÉNIE PAPETIER**

**PAR
FRANTISEK RUZINSKY**

**APPLICATION DE LA MISE EN PÂTE
D'EXPLOSION AU RECYCLAGE ET
DÉSENCRAGE DU PAPIER**

AOÛT 2000

Université du Québec à Trois-Rivières

Service de la bibliothèque

Avertissement

L'auteur de ce mémoire ou de cette thèse a autorisé l'Université du Québec à Trois-Rivières à diffuser, à des fins non lucratives, une copie de son mémoire ou de sa thèse.

Cette diffusion n'entraîne pas une renonciation de la part de l'auteur à ses droits de propriété intellectuelle, incluant le droit d'auteur, sur ce mémoire ou cette thèse. Notamment, la reproduction ou la publication de la totalité ou d'une partie importante de ce mémoire ou de cette thèse requiert son autorisation.

REMERCIEMENTS

Je tiens d'abord à remercier particulièrement mon directeur de thèse, le Dr. Bohuslav V. Kokta, pour son assistance financière, morale, ses nombreux encouragements et son intérêt constant démontré tout au long de ce travail.

J'aimerais également remercier le Dr. Dmitry A. Sukhov du Centre de recherche en pâtes et papiers de Saint-Pétersbourg, Russie, pour son analyse de la cristallinité par FTIR.

Mes remerciements vont également au Centre de recherche en pâtes et papiers de l'Université du Québec à Trois-Rivières pour son soutien technique, ainsi qu'aux techniciens de ce centre de recherche pour leurs précieux conseils.

Je remercie Abitibi-Consolidated Inc., division Wayagamack, et Kruger Inc., de Trois-Rivières pour les échantillons des pâtes ainsi que l'imprimerie Offset de Trois-Rivières pour les journaux "Le Nouvelliste".

Je remercie Marylène Dessureault pour son aide apportée à la correction du français de cette thèse.

Enfin, je remercie mes parents, Frantiska Ruzinska et Jan Ruzinsky, le reste de ma famille et tous mes amis pour leur appui moral.

RÉSUMÉ

L'application de la mise en pâte d'explosion au recyclage et désencrage a pour fins de mettre au point un procédé qui permette de recycler les papiers difficilement recyclables, d'améliorer les propriétés papetières ainsi que de diminuer les coûts de production et d'investissements. Ce procédé consiste en une cuisson du vieux papier à la vapeur saturée, suivie d'une explosion et d'un lavage de la pâte ainsi obtenue. Les buts de cette recherche étaient les suivants: d'abord, évaluer l'effet du recyclage par explosion sur les propriétés papetières des papiers issus des pâtes chimique, chimicomécanique et mécanique; ensuite, déterminer l'influence de la température, du temps de traitement, du rapport solution/papier ainsi que de l'utilisation de sulfite de sodium et de silicate de sodium; finalement, comparer la performance du procédé avec le recyclage conventionnel pour le papier journal.

Les papiers recyclés par explosion sans produit chimique montrent une dégradation des propriétés papetières. Toutefois, le papier issu de la pâte thermomécanique affiche une augmentation de la résistance à la traction. Le traitement à haute température mène à la détérioration de la blancheur. Les papiers des pâtes mécaniques sont les plus affectés, à cause de la présence de la lignine dans ces papiers. L'utilisation d'un antioxydant pouvant assurer la protection de la blancheur et de la résistance mécanique du papier contenant des fibres lignifiées s'avère donc nécessaire.

Le recyclage assisté à la vapeur est en mesure de défibrer le papier journal et de disperser l'encre avec succès. L'ajout de sulfite de sodium a un effet bénéfique sur la blancheur, tandis que l'utilisation du silicate de sodium a

tendance à détériorer la blancheur, à cause du noircissement alcalin qu'il provoque. En présence du sulfite de sodium, le temps long et la température élevée ont une influence positive sur la résistance à la traction. L'amélioration de la résistance mécanique est obtenue grâce à la formation de groupes sulfoniques.

Le procédé de flottation conventionnel peut atteindre une meilleure blancheur que le procédé d'explosion, mais cela est dû à l'utilisation du peroxyde d'hydrogène et à son effet blanchissant lors de la trituration. Toutefois, le procédé de dispersion à haute température utilisant le sulfite de sodium combiné avec le lavage est capable d'atteindre une meilleure efficacité d'élimination de l'encre et produit un papier dont la résistance est supérieure à celle du papier issu d'un procédé conventionnel.

TABLE DES MATIÈRES

| | |
|--|--------|
| REMERCIEMENTS | i |
| RÉSUMÉ | ii |
| TABLE DES MATIÈRES | iv |
| LISTE DES TABLEAUX | viii |
| LISTE DES FIGURES | xv |
| LISTE DES ABRÉVIATIONS | xxvii |
| NOMENCLATURE | xxix |
| CHAPITRE I INTRODUCTION | 1 |
| 1.1 Les arguments en faveur du recyclage..... | 1 |
| 1.2. L'application de la mise en pâte d'explosion au recyclage et désencrage. | 3 |
| CHAPITRE II REVUE DE LA LITTÉRATURE | 5 |
| 2.1 Le procédé de mise en pâte d'explosion..... | 5 |
| 2.2 Le désencrage du papier..... | 14 |
| 2.2.1 Le désencrage par lavage..... | 17 |
| 2.2.2 Le désencrage par flottation..... | 18 |
| 2.3 L'approche théorique..... | 20 |
| 2.3.1 Les forces d'interactions entre les surfaces..... | 20 |
| 2.3.2 L'approche théorique au niveau chimique..... | 23 |
| 2.3.3 La composition de l'encre et l'impression du papier..... | 26 |
| 2.3.3.1 - La fixation de l'encre..... | 27 |
| 2.3.3.2 Les liaisons encre - fibres..... | 29 |
| 2.3.4 L'approche théorique au niveau physique..... | 30 |
| CHAPITRE III MÉTHODOLOGIE DE LA RECHERCHE | 31 |
| 3.1 La description du projet et des objectifs..... | 32 |
| 3.2 Le recyclage multiple..... | 33 |
| 3.2.1 La préparation des pâtes et des feuilles..... | 34 |
| 3.2.2 Les étapes du recyclage multiple..... | 36 |
| 3.3 Le recyclage du papier journal avec produits chimiques..... | 39 |
| 3.3.1 Les étapes du recyclage et désencrage avec produits chimiques. | 41 |

| | | |
|-------|--|---|
| 3.3.2 | Les produits chimiques utilisés pour le46 | plan expérimental. |
| 3.3.3 | L'évaluation des résultats.....46 | |
| 3.4 | La comparaison entre les recyclages classiques et le48 | recyclage par explosion pour le papier journal. |
| 3.4.1 | Le recyclage par la trituration et le désencrage49 | par la flottation. |
| 3.4.2 | Le recyclage par explosion et le désencrage50 | par le lavage. |
| 3.4.3 | Le recyclage par la trituration et le désencrage51 | par le lavage. |
| 3.4.4 | Les produits chimiques utilisés pour la52 | comparaison entre les recyclages classiques et le recyclage par explosion. |

CHAPITRE IV MÉTHODES D'ANALYSES.....54

| | |
|-------|---|
| 4.1 | La détermination du rendement après la cuisson et du pH.....54 |
| 4.2 | La formation des matelas fibreux.....54 |
| 4.3 | La formation des feuilles standards et les analyses55 |
| | des propriétés mécaniques et optiques. |
| 4.3.1 | Les analyses des propriétés mécaniques.....56 |
| 4.3.2 | Les analyses des propriétés optiques.....58 |
| 4.4 | La classification des fibres selon Bauer-McNett.....59 |
| 4.5 | La classification des fibres par Kajaani.....61 |
| 4.6 | La classification des fibres par OpTest.....62 |
| 4.7 | L'indice de rétention de l'eau (WRV).....64 |
| 4.8 | Le contenu ionique.....65 |
| 4.9 | La spectroscopie infrarouge par la transformée de Fourier (FTIR).....66 |
| 4.10 | La concentration réelle de l'encre résiduelle.....67 |
| 4.11 | L'efficacité du désencrage.....68 |
| 4.12 | L'analyse d'image.....69 |

CHAPITRE V RÉSULTATS ET DISCUSSION.....70

| | |
|-------|--|
| 5.1 | Le recyclage multiple.....70 |
| 5.1.1 | Les propriétés mécaniques des pâtes recyclées.....70 |
| 5.1.2 | Les propriétés optiques des pâtes recyclées.....77 |

| | | |
|-------------------------------|--|------------|
| 5.1.3 | Le rendement du recyclage et les changements physiques des fibres des pâtes recyclées. | 81 |
| 5.1.4 | Les changements chimiques des pâtes recyclées. | 84 |
| 5.1.5 | Les changements morphologiques des fibres des pâtes recyclées. | 95 |
| 5.2 | Le recyclage du papier journal avec produits chimiques. | 98 |
| 5.2.1 | Le rendement du papier journal après le traitement à la vapeur. | 100 |
| 5.2.2 | Les propriétés optiques du papier journal recyclé. | 106 |
| 5.2.3 | Les propriétés mécaniques du papier journal recyclé. | 120 |
| 5.2.4 | Les propriétés physico-chimiques du papier journal recyclé. | 128 |
| 5.2.5 | La longueur des fibres du papier journal recyclé. | 148 |
| 5.2.6 | L'analyse d'image du papier journal recyclé. | 151 |
| 5.2.7 | Les recommandations concernant les conditions opérationnelles du procédé de recyclage par explosion. | 160 |
| 5.2.8 | Les relations entre les propriétés physico-chimiques de la pâte recyclée et les propriétés mécaniques et optiques du papier recyclé final, évaluées par les régressions linéaire et multilinéaire. | 161 |
| 5.3 | La comparaison entre le recyclage à haute température et les recyclages classiques. | 169 |
| 5.3.1 | Les propriétés optiques des papiers désencrés par la flottation, l'explosion et le lavage. | 172 |
| 5.3.2 | Les propriétés mécaniques des papiers désencrés par la flottation, l'explosion et le lavage. | 179 |
| 5.3.3 | Les propriétés physico-chimiques et morphologiques des pâtes désencrées par la flottation, l'explosion et le lavage. | 181 |
| CHAPITRE VI CONCLUSION | | 189 |
| 6.1 | Les conclusions sur le recyclage multiple des papiers issus des différentes pâtes. | 189 |
| 6.2 | Les conclusions concernant le recyclage du papier journal avec l'utilisation de produits chimiques. | 192 |

| | | |
|----------------------|--|-----|
| 6.3 | Les conclusions de la comparaison entre les recyclages classiques et le recyclage par explosion. | 196 |
| 6.4 | Les travaux futurs. | 197 |
| BIBLIOGRAPHIE | | 199 |
| ANNEXE A | LES TABLEAUX POUR LE RECYCLAGE MULTIPLE | 212 |
| ANNEXE B | LES TABLEAUX D'ANOVA ET LES COEFFICIENTS DE RÉGRESSION POUR LE PAPIER JOURNAL RECYCLÉ. | 233 |
| ANNEXE C | LES ARTICLES PUBLIÉS ET SOUMIS | 258 |

LISTE DES TABLEAUX

CHAPITRE II

| | |
|-------------|--|
| TABLEAU 2.1 | La comparaison des propriétés papetières du10 papier couché* recyclé par explosion et du papier recyclé par le procédé classique. |
| TABLEAU 2.2 | La comparaison des propriétés papetières du10 papier issu de la pâte de meule recyclé par explosion et de celui recyclé par le recyclage classique. |
| TABLEAU 2.3 | La comparaison par analyse d'image du papier11 de bureau mélangé désencré par explosion et de celui désencré par le recyclage classique. |
| TABLEAU 2.4 | Les constituantes des encres d'impression utilisées27 pour le papier journal [73]. |

CHAPITRE III

| | |
|-------------|--|
| TABLEAU 3.1 | Les facteurs codés du plan expérimental.....42 |
| TABLEAU 3.2 | Les valeurs réelles des facteurs du plan expérimental.....43 |

CHAPITRE V

| | |
|-------------|--|
| TABLEAU 5.1 | L'assignation des bandes dans les spectres91 infrarouges ($4000 - 800 \text{ cm}^{-1}$) des pâtes recyclées [110-114]. |
| TABLEAU 5.2 | Le pH des solutions, le rendement et la blancheur102 du matelas fibreux. |

| | |
|--------------|---|
| TABLEAU 5.3 | Les propriétés optiques des feuilles de 3 g de111 papier journal recyclé. |
| TABLEAU 5.4 | Les propriétés optiques des feuilles de 1,2 g de112 papier journal recyclé. |
| TABLEAU 5.5 | Les propriétés mécaniques du papier journal123 recyclé. |
| TABLEAU 5.6 | L'indice d'égouttage, le temps de drainage des133 pâtes et la porosité du papier journal recyclé. |
| TABLEAU 5.7 | Les propriétés physico-chimiques du papier134 journal recyclé. |
| TABLEAU 5.8 | Les paramètres de la cellulose I, II, ordonnée135 et désordonnée pour le papier journal recyclé. |
| TABLEAU 5.9 | La distributions des fibres de Bauer-McNett,149 le facteur S et l'indice de rétention de l'eau de la fraction M45 pour la partie «étoile» du plan expérimental. |
| TABLEAU 5.10 | Les coefficients de corrélation de la165 régression linéaire. |
| TABLEAU 5.11 | Les coefficients de corrélation de la165 régression linéaire (suite). |
| TABLEAU 5.12 | Les coefficients de corrélation de la166 régression multilinéaire. |
| TABLEAU 5.13 | Les coefficients de corrélation de la166 régression multilinéaire (suite). |
| TABLEAU 5.14 | Les coefficients de régression multilinéaire pour167 la fonction $y = f(x_8, x_{11})$. |

| | |
|--------------|--|
| TABLEAU 5.15 | Les coefficients de régression multilinéaire pour167 la fonction $y = f(x_7, x_{12})$. |
| TABLEAU 5.16 | Le rendement et l'efficacité des désencrages171 par la flottation, l'explosion et le lavage. |
| TABLEAU 5.17 | Les propriétés optiques des papiers désencrés175 par la flottation, l'explosion et le lavage. |
| TABLEAU 5.18 | Les propriétés mécaniques des papiers désencrés179 par la flottation, l'explosion et le lavage. |
| TABLEAU 5.19 | Les propriétés physico-chimiques et184 morphologiques des papiers désencrés par la flottation, l'explosion et le lavage. |

ANNEXE A

| | |
|-------------|--|
| TABLEAU A.1 | Les propriétés physiques et mécaniques du212 papier recyclé issu de la pâte d'explosion. |
| TABLEAU A.2 | Les propriétés physiques et mécaniques du213 papier recyclé issu de la pâte chimicomécanique. |
| TABLEAU A.3 | Les propriétés physiques et mécaniques du214 papier recyclé issu de la pâte chimico-thermomécanique. |
| TABLEAU A.4 | Les propriétés physiques et mécaniques du215 papier recyclé issu de la pâte kraft. |
| TABLEAU A.5 | Les propriétés physiques et mécaniques du216 papier recyclé issu de la pâte kraft raffinée. |

| | |
|--------------|---|
| TABLEAU A.6 | Les propriétés physiques et mécaniques du217 papier recyclé issu de la pâte thermomécanique. |
| TABLEAU A.7 | Les propriétés optiques du papier recyclé issu218 de la pâte d'explosion. |
| TABLEAU A.8 | Les propriétés optiques du papier recyclé issu218 de la pâte chimicomécanique. |
| TABLEAU A.9 | Les propriétés optiques du papier recyclé issu219 de la pâte chimico-thermomécanique. |
| TABLEAU A.10 | Les propriétés optiques du papier recyclé219 issu de la pâte kraft. |
| TABLEAU A.11 | Les propriétés optiques du papier recyclé issu220 de la pâte kraft raffinée. |
| TABLEAU A.12 | Les propriétés optiques du papier recyclé issu220 de la pâte thermomécanique. |
| TABLEAU A.13 | Les propriétés physico-chimiques et le rendement221 de la pâte d'explosion recyclée. |
| TABLEAU A.14 | Les propriétés physico-chimiques et le rendement222 de la pâte chimicomécanique recyclée. |
| TABLEAU A.15 | Les propriétés physico-chimiques et le rendement223 de la pâte chimico-thermomécanique recyclée. |
| TABLEAU A.16 | Les propriétés physico-chimiques et le rendement224 de la pâte kraft recyclée. |
| TABLEAU A.17 | Les propriétés physico-chimiques et le rendement225 de la pâte kraft raffinée recyclée. |

| | |
|--------------|---|
| TABLEAU A.18 | Les propriétés physico-chimiques et le rendement226 de la pâte thermomécanique recyclée. |
| TABLEAU A.19 | La longueur des fibres de la pâte227 d'explosion recyclée. |
| TABLEAU A.20 | La longueur des fibres de la pâte228 chimicomécanique recyclée. |
| TABLEAU A.21 | La longueur des fibres de la pâte229 chimico-thermomécanique recyclée. |
| TABLEAU A.22 | La longueur des fibres de la pâte kraft recyclée.....230 |
| TABLEAU A.23 | La longueur des fibres de la pâte kraft231 raffinée recyclée. |
| TABLEAU A.24 | La longueur des fibres de la pâte232 thermomécanique recyclée. |

ANNEXE B

| | |
|-------------|--|
| TABLEAU B.1 | L'ANOVA et les coefficients de régression pour234 le pH de la solution ajoutée. |
| TABLEAU B.2 | L'ANOVA et les coefficients de régression pour235 le pH après la cuisson. |
| TABLEAU B.3 | L'ANOVA et les coefficients de régression pour236 le rendement après la cuisson. |
| TABLEAU B.4 | L'ANOVA et les coefficients de régression pour237 la perte lors du lavage. |
| TABLEAU B.5 | L'ANOVA et les coefficients de régression pour238 la blancheur des matelas fibreux. |

| | |
|--------------|--|
| TABLEAU B.6 | L'ANOVA et les coefficients de régression pour239 le gain de la blancheur lors du lavage. |
| TABLEAU B.7 | L'ANOVA et les coefficients de régression pour240 la blancheur des feuilles de 3 g. |
| TABLEAU B.8 | L'ANOVA et les coefficients de régression pour241 le coefficient L^* . |
| TABLEAU B.9 | L'ANOVA et les coefficients de régression pour242 le coefficient a^* . |
| TABLEAU B.10 | L'ANOVA et les coefficients de régression pour243 le coefficient b^* . |
| TABLEAU B.11 | L'ANOVA et les coefficients de régression244 pour l'opacité ISO. |
| TABLEAU B.12 | L'ANOVA et les coefficients de régression pour245 le coefficient de diffusion de la lumière. |
| TABLEAU B.13 | L'ANOVA et les coefficients de régression pour246 la concentration réelle de l'encre résiduelle (ERIC). |
| TABLEAU B.14 | L'ANOVA et les coefficients de régression pour247 la longueur de rupture. |
| TABLEAU B.15 | L'ANOVA et les coefficients de régression248 pour l'indice d'éclatement. |
| TABLEAU B.16 | L'ANOVA et les coefficients de régression249 pour l'indice de déchirure. |
| TABLEAU B.17 | L'ANOVA et les coefficients de régression250 pour l'indice d'égouttage. |

| | |
|--------------|--|
| TABLEAU B.18 | L'ANOVA et les coefficients de régression pour251 le temps de drainage. |
| TABLEAU B.19 | L'ANOVA et les coefficients de régression252 pour l'indice de rétention de l'eau. |
| TABLEAU B.20 | L'ANOVA et les coefficients de régression pour253 la densité. |
| TABLEAU B.21 | L'ANOVA et les coefficients de régression pour254 la porosité. |
| TABLEAU B.22 | L'ANOVA et les coefficients de régression pour255 le contenu sulfonique. |
| TABLEAU B.23 | L'ANOVA et les coefficients de régression pour256 le contenu carboxylique. |
| TABLEAU B.24 | L'ANOVA et les coefficients de régression pour257 le contenu ionique total. |

LISTE DES FIGURES

CHAPITRE II

| | |
|------------|--|
| FIGURE 2.1 | Schéma du réacteur pour la mise en pâte7 d'explosion et le recyclage du papier. |
| FIGURE 2.2 | L'efficacité des méthodes de désencrage.....16 |
| FIGURE 2.3 | Le mécanisme de la réaction chimique de la24 lignine selon Tanahashi. |
| FIGURE 2.4 | La réaction de sulfonation de la lignine en25 milieu alcalin. |
| FIGURE 2.5 | La réaction de sulfonation de la lignine en25 milieu acide. |

CHAPITRE III

| | |
|------------|---|
| FIGURE 3.1 | Les étapes du recyclage multiple.....37 |
| FIGURE 3.2 | Schéma du réacteur Stake Technology.....38 |
| FIGURE 3.3 | Schéma du recyclage et désencrage avec44 produits chimiques. |
| FIGURE 3.4 | Schéma du flacon de drainage dynamique.....45 |

CHAPITRE IV

| | |
|------------|---|
| FIGURE 4.1 | Le système CIE L*, a*, b* pour la mesure de la couleur.....59 |
|------------|---|

CHAPITRE V

| | | |
|-------------|--|----|
| FIGURE 5.1 | L'effet du recyclage multiple sur la résistance du papier à la traction. | 74 |
| FIGURE 5.2 | L'effet du recyclage multiple sur la résistance du papier à l'éclatement. | 74 |
| FIGURE 5.3 | L'effet du recyclage multiple sur la résistance du papier au déchirement. | 75 |
| FIGURE 5.4 | L'effet du recyclage multiple sur la résistance interne du papier à la traction en direction Z. | 75 |
| FIGURE 5.5 | L'effet du recyclage multiple sur la liaison Scott. | 76 |
| FIGURE 5.6 | L'effet du recyclage multiple sur la résistance des fibres à la traction mesurée avec l'appareil Pulmac. | 76 |
| FIGURE 5.7 | L'effet du recyclage multiple sur la blancheur des différentes pâtes (feuilles de 3g). | 79 |
| FIGURE 5.8 | L'effet du recyclage multiple sur la couleur des différentes pâtes. | 79 |
| FIGURE 5.9 | L'effet du recyclage multiple sur la diffusion de la lumière des différentes pâtes. | 80 |
| FIGURE 5.10 | L'effet du recyclage multiple sur l'opacité des différentes pâtes. | 80 |
| FIGURE 5.11 | L'effet du recyclage multiple sur le rendement des différentes pâtes recyclées. | 86 |
| FIGURE 5.12 | L'évolution du pH dans les différentes pâtes recyclées après le traitement à haute température. | 86 |

| | | |
|-------------|---|---|
| FIGURE 5.13 | L'effet du recyclage multiple sur la densité des87 | papiers issus des différentes pâtes. |
| FIGURE 5.14 | L'effet du recyclage multiple sur la porosité des87 | papiers issus des différentes pâtes. |
| FIGURE 5.15 | L'effet du recyclage multiple sur l'indice d'égouttage88 | des différentes pâtes recyclées. |
| FIGURE 5.16 | L'effet du recyclage multiple sur l'indice de rétention88 | de l'eau des différentes pâtes recyclées. |
| FIGURE 5.17 | L'effet du recyclage multiple sur le développement89 | de la surface des fibres recyclées. |
| FIGURE 5.18 | L'effet du recyclage multiple sur le contenu89 | sulfonique des différentes pâtes recyclées. |
| FIGURE 5.19 | L'effet du recyclage multiple sur le contenu90 | carboxylique des différentes pâtes recyclées. |
| FIGURE 5.20 | L'effet du recyclage multiple sur le contenu ionique90 | total des différentes pâtes recyclées. |
| FIGURE 5.21 | Les spectres infrarouges par la transformée92 | de Fourier de la pâte d'explosion recyclée. |
| FIGURE 5.22 | Les spectres infrarouges par la transformée92 | de Fourier de la pâte chimicomécanique recyclée. |
| FIGURE 5.23 | Les spectres infrarouges par la transformée93 | de Fourier de la pâte chimico-thermomécanique recyclée. |
| FIGURE 5.24 | Les spectres infrarouges par la transformée93 | de Fourier de la pâte thermomécanique recyclée. |

| | | |
|-------------|---|-----|
| FIGURE 5.25 | Les spectres infrarouges par la transformée de Fourier de la pâte kraft recyclée. | 94 |
| FIGURE 5.26 | Les spectres infrarouges par la transformée de Fourier de la pâte kraft raffinée recyclée. | 94 |
| FIGURE 5.27 | L'effet du recyclage sur la quantité de cellulose I ordonnée des différentes pâtes recyclées. | 95 |
| FIGURE 5.28 | L'effet du recyclage multiple sur la longueur des fibres des différentes pâtes recyclées. | 96 |
| FIGURE 5.29 | L'effet du recyclage multiple sur la longueur des fibres mesurée avec Kajaani FS-100. | 97 |
| FIGURE 5.30 | L'effet du recyclage multiple sur la longueur des fibres mesurée avec Kajaani FS-100. | 97 |
| FIGURE 5.31 | L'effet du recyclage multiple sur les courbatures des fibres mesurées avec OpTest. | 98 |
| FIGURE 5.32 | L'influence du temps et de la température sur le rendement après la cuisson. | 103 |
| FIGURE 5.33 | L'influence du rapport solution/papier et du sulfite de sodium sur le rendement après la cuisson. | 104 |
| FIGURE 5.34 | L'influence du sulfite de sodium et du silicate de sodium sur le rendement. | 104 |
| FIGURE 5.35 | L'influence du temps et de la température sur le pH après la cuisson. | 105 |
| FIGURE 5.36 | L'influence du rapport solution/papier et du sulfite de sodium sur le pH après la cuisson. | 105 |

| | | |
|-------------|---|-----|
| FIGURE 5.37 | L'influence du sulfite de sodium et du silicate de sodium sur le pH après la cuisson. | 106 |
| FIGURE 5.38 | L'influence du temps et de la température sur la blancheur (feuilles de 3 g). | 113 |
| FIGURE 5.39 | L'influence du rapport solution/papier et du sulfite de sodium sur la blancheur (feuilles de 3 g). | 113 |
| FIGURE 5.40 | L'influence du sulfite de sodium et du silicate de sodium sur la blancheur (feuilles de 3 g). | 114 |
| FIGURE 5.41 | L'influence du temps et de la température sur la couleur du papier recyclé. | 114 |
| FIGURE 5.42 | L'influence du rapport solution/papier et du sulfite de sodium sur la couleur du papier recyclé. | 115 |
| FIGURE 5.43 | L'influence du sulfite de sodium et du silicate de sodium sur la couleur du papier recyclé. | 115 |
| FIGURE 5.44 | L'influence du temps et de la température sur l'opacité du papier recyclé. | 116 |
| FIGURE 5.45 | L'influence du rapport solution/papier et du sulfite de sodium sur l'opacité du papier recyclé. | 116 |
| FIGURE 5.46 | L'influence du sulfite de sodium et du silicate de sodium sur l'opacité du papier recyclé. | 117 |
| FIGURE 5.47 | L'influence du temps et de la température sur le coefficient de diffusion de la lumière. | 117 |
| FIGURE 5.48 | L'influence du rapport solution/papier et du sulfite de sodium sur le coefficient de diffusion de la lumière. | 118 |

| | | |
|-------------|---|-----|
| FIGURE 5.49 | L'influence du sulfite de sodium et du silicate de sodium sur le coefficient de diffusion de la lumière. | 118 |
| FIGURE 5.50 | L'influence du temps et de la température sur la concentration réelle de l'encre résiduelle. | 119 |
| FIGURE 5.51 | L'influence du rapport solution/papier et du sulfite de sodium sur la concentration réelle de l'encre résiduelle. | 119 |
| FIGURE 5.52 | L'influence du sulfite de sodium et du silicate de sodium sur la concentration réelle de l'encre résiduelle. | 120 |
| FIGURE 5.53 | L'influence du temps et de la température sur la résistance à la traction. | 124 |
| FIGURE 5.54 | L'influence du rapport solution/papier et du sulfite de sodium sur la résistance à la traction. | 124 |
| FIGURE 5.55 | L'influence du sulfite de sodium et du silicate de sodium sur la résistance à la traction. | 125 |
| FIGURE 5.56 | L'influence du temps et de la température sur la résistance à l'éclatement. | 125 |
| FIGURE 5.57 | L'influence du rapport solution/papier et du sulfite de sodium sur la résistance à l'éclatement. | 126 |
| FIGURE 5.58 | L'influence du sulfite de sodium et du silicate de sodium sur la résistance à l'éclatement. | 126 |
| FIGURE 5.59 | L'influence du temps et de la température sur la résistance au déchirement. | 127 |
| FIGURE 5.60 | L'influence du rapport solution/papier et du sulfite de sodium sur la résistance au déchirement. | 127 |

| | | |
|-------------|--|-----|
| FIGURE 5.61 | L'influence du sulfite de sodium et du silicate de sodium sur la résistance au déchirement. | 128 |
| FIGURE 5.62 | L'influence du temps et de la température sur le temps de drainage. | 135 |
| FIGURE 5.63 | L'influence du rapport solution/papier et du sulfite de sodium sur le temps de drainage. | 136 |
| FIGURE 5.64 | L'influence du sulfite de sodium et du silicate de sodium sur le temps de drainage. | 136 |
| FIGURE 5.65 | La longueur de rupture en fonction du temps de drainage pour le papier journal recyclé. | 137 |
| FIGURE 5.66 | La longueur de rupture en fonction de la porosité pour le papier journal recyclé. | 137 |
| FIGURE 5.67 | La longueur de rupture en fonction de la densité pour le papier journal recyclé. | 138 |
| FIGURE 5.68 | La longueur de rupture en fonction du coefficient de diffusion de la lumière pour le papier journal recyclé. | 138 |
| FIGURE 5.69 | L'influence du temps et de la température sur la porosité du papier journal recyclé. | 139 |
| FIGURE 5.70 | L'influence du rapport solution/papier et du sulfite de sodium sur la porosité du papier journal recyclé. | 139 |
| FIGURE 5.71 | L'influence du sulfite de sodium et du silicate de sodium sur la porosité du papier journal recyclé. | 140 |
| FIGURE 5.72 | L'influence du temps et de la température sur la densité du papier journal recyclé. | 140 |

| | |
|-------------|--|
| FIGURE 5.73 | L'influence du rapport solution/papier et du sulfite141 de sodium sur la densité du papier journal recyclé. |
| FIGURE 5.74 | L'influence du sulfite de sodium et du silicate de141 sodium sur la densité du papier journal recyclé. |
| FIGURE 5.75 | La longueur de rupture en fonction du142 contenu sulfonique pour le papier journal recyclé. |
| FIGURE 5.76 | La longueur de rupture en fonction du142 contenu carboxylique pour le papier journal recyclé. |
| FIGURE 5.77 | La longueur de rupture en fonction du contenu143 ionique total pour le papier journal recyclé. |
| FIGURE 5.78 | L'influence du temps et de la température sur143 le contenu sulfonique de la pâte recyclée issue du papier journal. |
| FIGURE 5.79 | L'influence du rapport solution/papier et du sulfite144 de sodium sur le contenu sulfonique de la pâte recyclée issue du papier journal. |
| FIGURE 5.80 | L'influence du sulfite de sodium et du silicate144 de sodium sur le contenu sulfonique de la pâte recyclée issue du papier journal. |
| FIGURE 5.81 | L'influence du temps et de la température sur le145 contenu ionique total de la pâte recyclée issue du papier journal. |
| FIGURE 5.82 | L'influence du rapport solution/papier et de145 la température sur le contenu ionique total de la pâte recyclée issue du papier journal. |

| | | |
|-------------|---|-----|
| FIGURE 5.83 | L'influence du sulfite de sodium et du silicate de sodium sur le contenu ionique total de la pâte recyclée issue du papier journal. | 146 |
| FIGURE 5.84 | Les spectres infrarouges par la transformée de Fourier du papier journal recyclé. | 146 |
| FIGURE 5.85 | Les spectres infrarouges par la transformée de Fourier du papier journal recyclé. | 147 |
| FIGURE 5.86 | La cellulose I ordonnée pour la partie «d'étoile» du plan expérimental pour le papier journal recyclé. | 147 |
| FIGURE 5.87 | La distribution des fibres selon Bauer-McNett pour la partie étoile du plan expérimental. | 149 |
| FIGURE 5.88 | L'indice de déchirure en fonction de la longueur des fibres pour le papier journal recyclé. | 150 |
| FIGURE 5.89 | L'indice de déchirure en fonction de la densité du papier pour le papier journal recyclé. | 150 |
| FIGURE 5.90 | La distribution des particules d'encre de 1 μm jusqu'à 30 μm pour les expériences Nos 33 - 43. | 153 |
| FIGURE 5.91 | La distribution des particules d'encre de 30 μm jusqu'à 60 μm pour les expériences Nos 33 - 43. | 154 |
| FIGURE 5.92 | La distribution des particules d'encre de 60 μm jusqu'à 100 μm pour les expériences Nos 33 - 43. | 154 |
| FIGURE 5.93 | L'image microscopique de l'encre résiduelle de l'expérience No. 33. La ligne noire représente 200 μm . | 155 |

| | | |
|--------------|--|-----|
| FIGURE 5.94 | L'image microscopique de l'encre résiduelle de | 155 |
| | l'expérience No. 34. La ligne noire représente 200 μm . | |
| FIGURE 5.95 | L'image microscopique de l'encre résiduelle de | 156 |
| | l'expérience No. 37. La ligne noire représente 200 μm . | |
| FIGURE 5.96 | L'image microscopique de l'encre résiduelle de | 156 |
| | l'expérience No. 37. La ligne noire représente 200 μm . | |
| FIGURE 5.97 | L'image microscopique de l'encre résiduelle de | 157 |
| | l'expérience No. 42. La ligne noire représente 200 μm . | |
| FIGURE 5.98 | L'image microscopique de l'encre résiduelle de | 157 |
| | l'expérience No. 42. La ligne noire représente 200 μm . | |
| FIGURE 5.99 | L'image microscopique de l'encre résiduelle de | 158 |
| | l'expérience No. 42. La ligne noire représente 200 μm . | |
| FIGURE 5.100 | L'image microscopique de l'encre résiduelle de | 158 |
| | l'expérience No. 43. La ligne noire représente 200 μm . | |
| FIGURE 5.101 | La blancheur en fonction de la concentration réelle | 159 |
| | de l'encre résiduelle dans le papier journal recyclé. | |
| FIGURE 5.102 | La blancheur en fonction du nombre de | 159 |
| | particules d'encre de petite taille (1 - 50 μm). | |
| FIGURE 5.103 | La blancheur en fonction de la couleur du papier | 160 |
| | journal recyclé. | |
| FIGURE 5.104 | Schéma des interactions entre les propriétés | 162 |
| | papetières, les caractéristiques des fibres et les conditions du procédé. | |
| FIGURE 5.105 | La longueur de rupture calculée versus la longueur | 168 |
| | de rupture mesurée pour la fonction $y = f(x_7, x_{12})$. | |

| | | |
|--------------|---|-----|
| FIGURE 5.106 | L'indice d'éclatement calculé versus l'indice d'éclatement mesuré pour la fonction $y = f(x_7, x_{12})$. | 168 |
| FIGURE 5.107 | La blancheur calculée versus la blancheur mesurée pour la fonction $y = f(x_7, x_{12})$. | 169 |
| FIGURE 5.108 | Le rendement après la trituration, l'explosion, le désencrage par la flottation et le lavage. | 172 |
| FIGURE 5.109 | La blancheur des feuilles de 3 g des papiers désencrés par la flottation, l'explosion et le lavage. | 176 |
| FIGURE 5.110 | Le coefficient b^* des papiers désencrés par la flottation, l'explosion et le lavage. | 176 |
| FIGURE 5.111 | La concentration réelle de l'encre résiduelle sur les papiers désencrés par la flottation, l'explosion et le lavage. | 177 |
| FIGURE 5.112 | La distribution des particules d'encre inférieures à 50 μm sur la surface des papiers désencrés par la flottation, l'explosion et le lavage. | 177 |
| FIGURE 5.113 | La distribution des particules d'encre supérieures à 50 μm sur la surface des papiers désencrés par la flottation, l'explosion et le lavage. | 178 |
| FIGURE 5.114 | Le pourcentage de la surface encrée des papiers désencrés par la flottation, l'explosion et le lavage. | 178 |
| FIGURE 5.115 | La résistance à la traction des papiers désencrés par la flottation, l'explosion et le lavage. | 180 |
| FIGURE 5.116 | La résistance à l'éclatement des papiers désencrés par la flottation, l'explosion et le lavage. | 180 |

| | | |
|--------------|--|-----|
| FIGURE 5.117 | La résistance au déchirement des papiers désencrés | 181 |
| | par la flottation, l'explosion et le lavage. | |
| FIGURE 5.118 | La densité des papiers désencrés par | 183 |
| | la flottation, l'explosion et le lavage. | |
| FIGURE 5.119 | La porosité des papiers désencrés par | 185 |
| | la flottation, l'explosion et le lavage. | |
| FIGURE 5.120 | L'indice d'égouttage des papiers désencrés par | 185 |
| | la flottation, l'explosion et le lavage. | |
| FIGURE 5.121 | Le temps de drainage des papiers désencrés | 186 |
| | par la flottation, l'explosion et le lavage. | |
| FIGURE 5.122 | Le facteur S des pâtes désencrées par la | 186 |
| | flottation, l'explosion et le lavage. | |
| FIGURE 5.123 | L'indice de rétention de l'eau de la fraction M48 | 187 |
| | des pâtes désencrées par la flottation, l'explosion et le lavage. | |
| FIGURE 5.124 | Le contenu sulfonique des pâtes désencrées | 187 |
| | par la flottation, l'explosion et le lavage. | |
| FIGURE 5.125 | La longueur des fibres des pâtes désencrées | 188 |
| | par la flottation, l'explosion et le lavage. | |

LISTE DES ABRÉVIATIONS

| | |
|----------------------|--|
| ACPP : | Association Canadienne des Pâtes et Papiers |
| ANOVA : | Analyse des variances |
| CDL : | Coefficient de diffusion de la lumière |
| CIE : | Commission internationale d'éclairage |
| Δ ERIC : | Différence entre l'ERIC avant et après le désencrage |
| DF : | Degré de liberté |
| DTPA : | Acide diéthylènetriamine pentaacétique |
| EFIC : | Efficacité du désencrage |
| ERIC : | Concentration réelle de l'encre résiduelle |
| ERIC _{AV} : | Concentration réelle de l'encre résiduelle avant le désencrage |
| ERIC _{AP} : | Concentration réelle de l'encre résiduelle après le désencrage |
| FLOT : | Flottation |
| FTIR : | Spectroscopie infrarouge par la transformée Fourier |
| F2-L : | Flottation et lavage |
| ID : | Indice de déchirure |
| IE : | Indice d'éclatement |
| ISO : | International Standard Organisation |
| K : | Pâte kraft |
| K 0-5 : | Pâte kraft recyclée 0-5 fois |
| KR : | Pâte kraft raffinée |
| KR 0-5 : | Pâte kraft raffinée recyclée 0-5 fois |
| LAV : | Lavage |
| LR : | Longueur de rupture |
| L.R. 0 : | Longueur de rupture à mâchoires jointes |
| PCM : | Pâte chimicomécanique |
| PCM 0-5 : | Pâte chimicomécanique recyclée 0-5 fois |
| PCTM : | Pâte chimico-thermomécanique |
| PCTM 0-5 : | Pâte chimico-thermomécanique recyclée 0-5 fois |
| PE : | Pâte d'explosion |
| PE 0-5 : | Pâte d'explosion recyclée 0-5 fois |
| PE 175 : | Procédé d'explosion à 175 °C |
| PE 190 : | Procédé d'explosion à 190 °C |
| PTM : | Pâte thermomécanique |
| PTM 0-5 : | Pâte thermomécanique recyclée 0-5 fois |

| | |
|---------|---|
| SM : | Sens marche |
| ST | Sens travers |
| TAPPI : | Technical Association for the Pulp and Paper Industry |
| WRV : | Indice de rétention de l'eau |
| WRV* : | Indice de rétention de l'eau de la fraction M48 de Bauer-McNett |

NOMENCLATURE

CHAPITRE II

| | | |
|------------|---|--|
| γ | = | Tension de surface |
| γ_O | = | Tension de surface en conditions standards |
| F_A | = | Force d'attraction |
| F_R | = | Force de répulsion |
| k | = | Constante du liquide |
| M | = | Poids moléculaire |
| r | = | Densité du liquide |
| T_C | = | Température critique |
| V_A | = | Énergie potentielle d'attraction par cm^2 de plaque |
| V_O | = | Distance entre deux plaques |
| V_R | = | Énergie potentielle de répulsion par cm^2 de plaque |
| W_C | = | Travail de cohésion |

CHAPITRE III

| | | |
|-------|---|----------------------------|
| a | = | Ordonnée à l'origine |
| b | = | Coefficient de régression. |
| R^2 | = | Coefficient de corrélation |

CHAPITRE IV

| | | |
|-----------|---|---|
| a^* | = | Coefficient trichromatique des couleurs rouge - verte |
| A | = | Poids de la pâte humide centrifugée |
| b^* | = | Coefficient trichromatique des couleurs bleu - jaune |
| B | = | Poids de la pâte séchée dans le four |
| $D1$ | = | 10% des fibres qui ont une longueur inférieure à $D1$ |
| $D9$ | = | 10% des fibres qui ont une longueur supérieure à $D9$ |
| F | = | Fines |
| Facteur L | = | Somme en pourcentage des fibres des fractions M14, M28 et M48 de Bauer-McNett |
| Facteur S | = | Indice d'égouttage de la fraction M100 de Bauer-McNett |

| | | |
|--------------------|---|--|
| k | = | Coefficient d'absorption |
| l | = | Longueur moyenne des fibres retenue sur l'un des tamis M14, M28, M48, M100 et M200 |
| L | = | Longueur moyenne des fibres |
| L* | = | Luminosité |
| L _m | = | Longueur moyenne d'une classe de fines |
| L _{Total} | = | Longueur totale des fibres |
| L _w | = | Longueur des fibres en poids |
| M14 | = | Fraction de Bauer-McNett des fibres retenues par le tamis 14 |
| M28 | = | Fraction de Bauer-McNett des fibres retenues par le tamis 28 |
| M48 | = | Fraction de Bauer-McNett des fibres retenues par le tamis 48 |
| M100 | = | Fraction de Bauer-McNett des fibres retenues par le tamis 100 |
| M200 | = | Fraction de Bauer-McNett des fibres retenues par le tamis 200 |
| n | = | Nombre de fibres |
| n _i | = | Nombre de fibres plus courtes que i |
| N | = | Normalité |
| N* | = | Nombre total des fibres détectées |
| N _(x-y) | = | Somme des cassures avec l'intervalle des angles (x-y) |
| P200 | = | Fraction de Bauer-McNett des fines qui passent par le tamis 200 |
| Q1 | = | 25% des fibres qui ont une longueur inférieure à Q1 |
| Q2 | = | 50% des fibres qui ont une longueur inférieure à Q2 |
| Q3 | = | 25% des fibres qui ont une longueur supérieure à Q3 |
| w | = | Poids de la pâte retenue sur le tamis |

CHAPITRE V

| | | |
|----|---|---|
| x1 | = | Rendement après la cuisson |
| x2 | = | pH après la cuisson |
| x3 | = | Indice d'égouttage |
| x4 | = | Temps de drainage |
| x5 | = | Indice de rétention de l'eau |
| x6 | = | Indice de rétention de l'eau de la fraction M45 |
| x7 | = | Densité du papier |
| x8 | = | Porosité |
| x9 | = | Fines (M200 + P200) |

| | | |
|-----|---|--|
| x10 | = | Facteur L |
| x11 | = | Facteur S |
| x12 | = | Contenu sulfonique |
| x13 | = | Contenu carboxylique |
| x14 | = | Contenu ionique total |
| y1 | = | Longueur de rupture |
| y2 | = | Indice d'éclatement |
| y3 | = | Indice de déchirure |
| y4 | = | Blancheur (feuilles de 3 g) |
| y5 | = | Gain de blancheur |
| y6 | = | Opacité ISO |
| y7 | = | Coefficient de diffusion de la lumière |
| y8 | = | b* |
| y9 | = | ERIC |
| z1 | = | Temps de cuisson |
| z2 | = | Température de cuisson |
| z3 | = | Rapport solution/papier |
| z4 | = | Charge de sulfite de sodium |
| z5 | = | Charge de silicate de sodium |

CHAPITRE I

INTRODUCTION

1.1 Les arguments en faveur du recyclage.

De nos jours, la qualité de l'environnement se veut de plus en plus une préoccupation de premier ordre dans l'opinion publique et les médias de l'information. Le papier journal est souvent cité en exemple comme étant un bien de consommation à recycler, afin de réduire les quantités de déchets et diminuer d'autant la quête de fibres vierges en forêt. De même, tout en protégeant les forêts, il serait également possible de contribuer à la diminution de l'effet de serre.

De plus, le monde fait présentement face à un grave problème d'engorgement ou de pénurie en ce qui concerne les sites d'enfouissement des déchets. Environ 80% de ces déchets sont enfouis, 8% sont incinérés et 10% seulement sont recyclés [1]. Des études effectuées depuis 1979 montrent que le papier rebut représente près du quart de tout ce qui compose une poubelle domestique typique [2] et qu'environ 9 à 17% s'avèrent être du papier journal [3]. Les propositions canadiennes suggèrent de diminuer, réutiliser et recycler les déchets. Le but prôné par le ministre canadien de l'Environnement est la réduction des déchets municipaux de 50% pour l'an 2000 [4]. Cela concerne plus précisément les déchets de maison qui ne sont recyclés que dans une proportion de 18%.

Certains États américains ont déjà établi des réglementations au sujet de la quantité de fibres recyclées que doivent contenir les papiers nouvellement achetés. Les exigences premières à cet égard stipulaient un taux d'incorporation de fibres récupérées de 25%. Toutefois, ce taux peut atteindre les 50%, voire même les 90% dans certains cas. Cette tendance, déjà bien implantée aux États-Unis, laisse présager que les dix provinces canadiennes finiront tôt ou tard par suivre ce mouvement. Il convient cependant de noter le paradoxe suivant: en considérant le taux actuel de production de déchets aux États-Unis, une législation américaine qui imposerait un minimum de 40% de fibres recyclées dans le papier journal ne contribuerait à réduire que de 3,4% l'espace d'enfouissement total nécessaire sur une période de 20 ans [5].

Présentement, la majeure partie du papier produit par le Canada est exporté aux États-Unis. La production de papier journal québécois - qui représente 40% du marché papetier de cette province - est destinée à 64% à ce pays [6]. Or, de façon générale, on peut dire que la demande américaine pour ce marché a un impact direct sur la bonne santé des industries papetières canadiennes. Bref, les industries canadiennes n'auront d'autres choix que de s'adapter. Le Canada est aussi devenu le plus grand importateur de vieux papiers au monde, car il doit satisfaire à de nouvelles exigences que lui impose le marché de l'exportation quant à la teneur en fibres secondaires que doit contenir le papier.

Enfin, il est clair que le processus de fabrication du papier ne pourra désormais plus se faire sans l'apport de la technologie du recyclage. Depuis leurs débuts, le recyclage et le désencrage ont beaucoup évolués, au point de devenir une véritable révolution technologique dans le monde contemporain.

Les fibres secondaires récupérées apparaissent de plus en plus comme des sources de matière première. On les utilise dans les cartons, les papiers tissus et, de façon plus limitée, pour les papiers d'impression et d'écriture.

Le but du recyclage est d'obtenir de hauts niveaux de récupération. Citons deux exemples. Au Japon, on incorpore 50% de pâte désencrée dans la production de papier journal [7]. En Suède, 45% de tous les papiers sont actuellement recyclés [8]. De plus, selon leur degré de qualité, le taux de recyclage peut s'élever jusqu'à 60% pour les papiers journaux, et même 70% pour les caisses en carton ondulé [8]. On prévoit que la production mondiale de fibres désencrées atteindra 31 millions de tonnes en 2001 [9]. En 1996, au Canada seulement, la consommation de papier recyclable atteignit 4,5 millions de tonnes [10].

Ces hauts niveaux de récupération pourront être envisageables lorsque le recyclage et le désencrage seront devenus monnaie courante et auront atteint de plus hauts niveaux de performance. Une des possibilités pour atteindre telle performance est l'application de la mise en pâte au recyclage et au désencrage.

1.2 L'application de la mise en pâte d'explosion au recyclage et désencrage.

Les recherches actuelles tentent de mettre au point des procédés qui permettront de recycler les papiers difficilement recyclables, de rehausser les propriétés optiques et mécaniques des pâtes recyclées, de diminuer les coûts de production et d'investissements nécessaires pour la production de la pâte

recyclée et de diminuer la pollution. Une des possibilités qui s'offrent à nous est l'application de la mise en pâte au recyclage et désencrage, ou recyclage par explosion. Cela signifie le recyclage du papier à une température très élevée en présence de la vapeur saturée suivi par une diminution brusque de la pression de la vapeur. La pâte ainsi préparée doit être désencrée. Ainsi, le recyclage du papier à température très élevée suivi par l'explosion englobe deux procédés:

- 1 - le procédé de mise en pâte d'explosion
- 2 - le désencrage du papier par lavage ou par flottation.

L'application de la mise en pâte d'explosion au recyclage et au désencrage du papier peut aussi représenter une solution alternative aux procédés conventionnels pour le désencrage des papiers journaux vieillis et des vieux magazines imprimés par l'encre UV, lesquels sont difficiles à désencrer par le procédé conventionnel. Le procédé d'explosion appliqué au recyclage et désencrage pourrait éventuellement remplacer le procédé de désencrage par lavage ou le procédé combiné, c'est-à-dire le désencrage par flottation et lavage.

CHAPITRE II

REVUE DE LA LITTÉRATURE

2.1 Le procédé de mise en pâte d'explosion.

Le procédé de mise en pâte d'explosion est connu depuis 1920 , date à laquelle Mason en fit la découverte [11,12]. Les conditions de la cuisson étaient de 6,9 MPa et 265 °C. La pâte ainsi produite ne peut pas servir à la production du papier pour impression à cause de sa couleur brune et des propriétés papetières très faibles [13].

Plus tard, Asplund imposa au procédé une température inférieure à 160 °C [14]. La qualité de la pâte devint alors meilleure.

En 1972, O'Connor rapporta que les propriétés de la pâte d'explosion pouvaient être améliorées par l'addition d'ammoniaque durant la cuisson [15].

Mamers *et al.* proposèrent l'utilisation d'une variante du procédé de mise en pâte d'explosion, principalement pour les parties non-utilisées de plantes saisonnières comme la canne à sucre et le blé [16-18].

Chaudhuri [19] communiqua les résultats d'expériences sur l'explosion de l'épinette qui furent faites en laboratoire et à échelle industrielle. Les conditions de ces expériences étaient les suivantes: 230 - 240 °C; 3,3 MPa et l'utilisation de sulfite de sodium.

Pour sa part, Kokta [20-21] proposa le procédé de mise en pâte d'explosion dans la production papetière pour le bois de feuillus et le bois de résineux. Le procédé de mise en pâte d'explosion consiste en une imprégnation chimique des copeaux, une cuisson de courte durée (1 à 5 minutes) en phase vapeur et une température variant entre 180 °C et 210 °C, ensuite un relâchement brusque de la pression et, enfin, un raffinage atmosphérique. La mise en pâte d'explosion fut proposée comme une alternative à la mise en pâte conventionnelle, c'est-à-dire la mise en pâte chimicomécanique et chimico-thermomécanique. Les résultats concernant la mise en pâte d'explosion paraissent dans plusieurs publications [22-37]. Il y fut mentionné que la pâte d'explosion possède de meilleures propriétés mécaniques et que l'énergie requise pour le raffinage est inférieure à celle des procédés conventionnels. Malgré la publication de résultats positifs le procédé ne fut pas encore commercialisé. Le schéma du réacteur est présenté à la figure 2.1.

Il faut aussi noter que dans leur étude controversée des copeaux explosés et non-explosés, Law et Bi [38] affirmèrent que la décompression soudaine des copeaux n'améliore pas les propriétés mécaniques et ne diminue pas l'énergie de raffinage. En effet, la force de l'explosion et l'impact des copeaux peuvent causer des dommages sur les fibres et diminuer les propriétés mécaniques. De plus, il fut mentionné par Law et Valade [39] que le relâchement brusque ne libère pas les fibres des copeaux; toutefois, précisons que cette étude fut réalisée en éliminant l'impact direct des copeaux sur la paroi du réservoir de décharge.

Le procédé d'explosion utilisant le vieux papier comme matière première vit le jour en Australie. Sa vocation était de défibrer de vieux papiers.

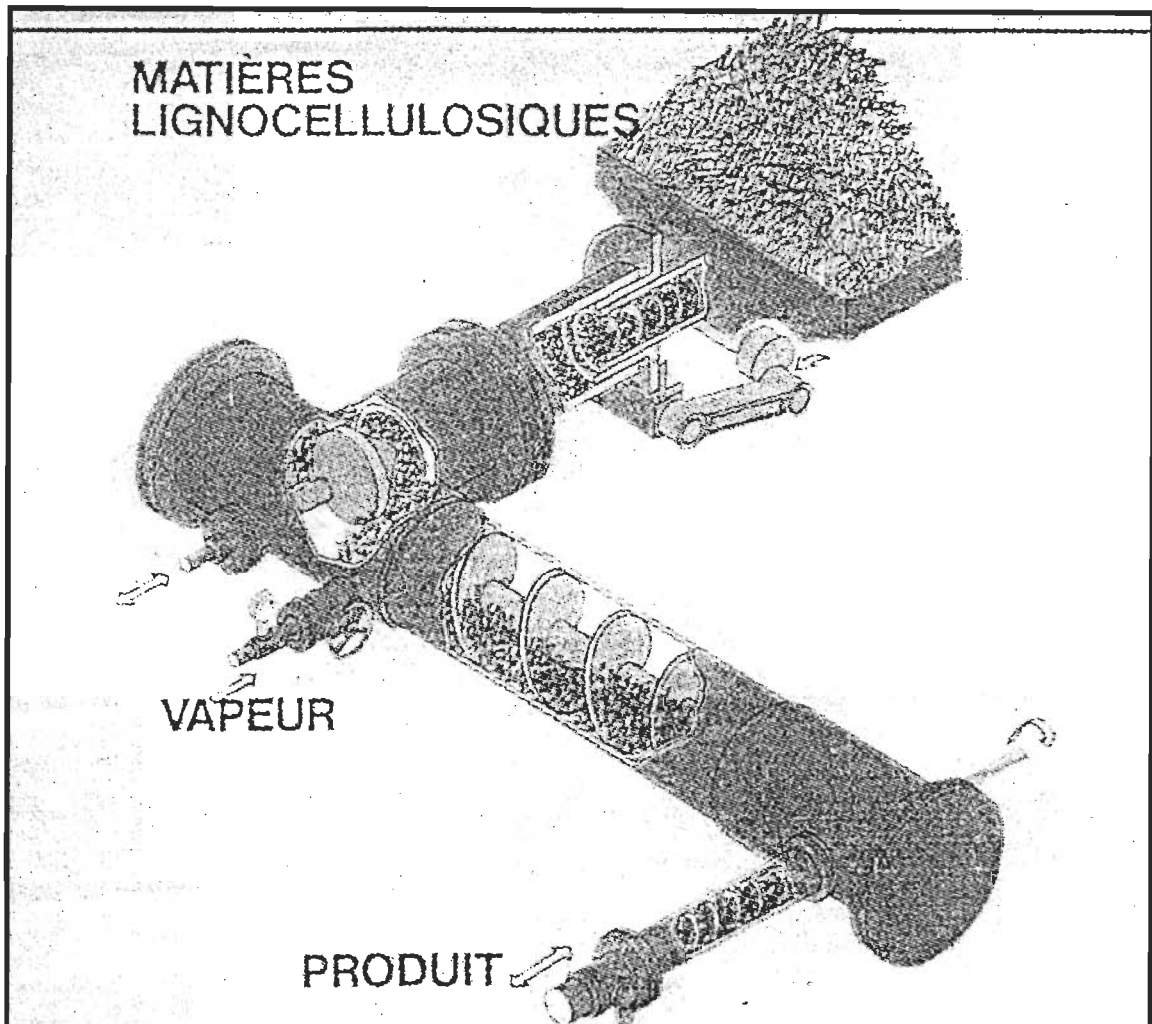


FIGURE 2.1 Schéma du réacteur pour la mise en pâte d'explosion et le recyclage du papier.

On le nomma alors le procédé de mise en pâte siro, ou "siropulping" [40]. Ses paramètres étaient de 160 °C pour une pression de 70 atm. La cuisson était suivie d'une explosion à pression atmosphérique. Ce procédé pouvait aussi traiter la bagasse et la paille de blé ou de riz, mais n'aboutit toutefois jamais à une application industrielle.

Au début des années quatre-vingt-dix la compagnie Chesapeake Corporation de Richmond (Virginie, États-Unis) et la compagnie Stake

Technology Limited de Toronto (Ontario, Canada) commencèrent à exploiter une idée avancée par J. Carter Fox [41] qui était d'utiliser le réacteur de la compagnie canadienne Stake Technology pour le recyclage du papier. La coopération de ces deux compagnies ci-haut mentionnées mena à la création de la compagnie Recoup Recycling Technologies. Le but de cette dernière était de développer et de commercialiser un réacteur pour le recyclage de vieux papiers.

James D. Nagy affirme [41] que l'investissement initial en dollars américains pour cette technologie pourrait coûter entre 39 et 41 millions de dollars, comparativement à 65 millions de dollars pour la production de papier hygiénique avec une technologie conventionnelle. Les coûts d'opération varieraient entre 202 et 204 millions de dollars, comparativement à 322 millions en utilisant la méthode classique. De même, le temps pour la construction d'une usine pourrait varier entre 6 et 8 mois, comparativement à une période s'étendant entre 24 et 30 mois pour la technologie classique.

Les plus récentes données montrent que ce procédé est capable de désencrer du papier qui est difficilement désencrable, ou qui nécessite des coûts d'opération élevés [42,43]. Le procédé consiste à déchiqueter le papier, puis à le tremper jusqu'à ce qu'il ait atteint un taux d'humidité de 50%. Le papier est ensuite transporté et pressé par des vis; quand la pression désirée est obtenue, un piston pousse le papier qui tombe automatiquement dans le réacteur. Les conditions expérimentales utilisées sont une température de 230 °C, une pression supérieure à 2,8 MPa et une durée de cuisson de 30 secondes à 6 minutes. On effectue un relâchement brusque de la pression en fin de cuisson, retournant ainsi à la pression atmosphérique. Le papier est

défilé par l'impact contre la paroi du réservoir de décharge. Le réacteur fonctionne de façon continue car la vanne de sortie ne s'ouvre que pour une courte période de temps; ainsi la pression est maintenue à l'intérieur du réacteur.

Les liens entre le papier et l'encre sont affaiblis sous l'effet de la température élevée. Le relâchement de la pression et l'impact consécutif du papier contre la paroi du réservoir de décharge mènent également au décrochage de l'encre de la surface des fibres ainsi qu'à la dispersion fine de l'encre.

Le procédé de mise en pâte par explosion en phase vapeur élimine la nécessité d'utiliser le trituteur, la cellule de flottation et l'unité de dispersion du système classique. Cette technologie peut être efficace et peut même représenter une solution alternative aux procédés conventionnels. L'installation du procédé d'explosion requiert moins de temps. Son coût d'installation est moindre que celui d'un système classique. De plus, il devrait produire une pâte de bonne qualité et peut être utilisé pour les vieux papiers ou cartons de qualité inférieure, ou même pour les papiers et cartons considérés non-recyclables [44-47]. De même, ce procédé devrait fonctionner sans ou avec peu de produits chimiques et la consommation d'énergie devrait être réduite par rapport au procédé conventionnel de recyclage [48].

Les résultats, publiés par Mentz [42], apparaissent dans les tableaux 2.1, 2.2 et 2.3. Les propriétés mécaniques des pâtes recyclées par explosion sont comparables avec celles issues du recyclage classique, sauf en ce qui concerne la pâte de meule recyclée par explosion pour laquelle il fut constatée

une amélioration de la résistance à la traction d'à peu près 25% par rapport au recyclage classique.

TABLEAU 2.1 La comparaison des propriétés papetières du papier couché* recyclé par explosion et du papier recyclé par le procédé classique.

| | Recyclage par explosion | Recyclage classique |
|--|-------------------------|---------------------|
| Température (°C) | 190 | 71 |
| Temps (min.) | 6 | 60 |
| Grammage (g/m ²) | 60,2 | 60,0 |
| Indice de déchirure (mN.m ² /g) | 11,4 | 11,3 |
| Longueur de rupture (km) | 4,4 | 4,3 |
| Élongation (%) | 2,6 | 2,4 |

*Le type de l'impression du papier couché n'était pas publié.

TABLEAU 2.2 La comparaison des propriétés papetières du papier issu de la pâte de meule recyclé par explosion et de celui recyclé par le recyclage classique.

| | Recyclage par explosion | Recyclage classique |
|--|-------------------------|---------------------|
| Température (°C) | 190 | 71 |
| Temps (min.) | 6 | 60 |
| Grammage (g/m ²) | 60,2 | 60,0 |
| Indice de déchirure (mN.m ² /g) | 9,7 | 9,7 |
| Longueur de rupture (km) | 4,2 | 3,3 |
| Élongation (%) | 2,5 | 2,1 |

TABLEAU 2.3 La comparaison par analyse d'image du papier de bureau mélangé désencré par explosion et de celui désencré par le recyclage classique.

| | Recyclage par explosion (non désencré) | Recyclage classique (non désencré) |
|---|---|---------------------------------------|
| Surface totale des taches d'encre * | 74,699 | 380,711 |
| Taille moyenne des taches d'encre * | 0,2541 | 0,3953 |
| Nombre total des particules d'encre * | 294 | 963 |
| Taches/pieds ² | 270 | 1169 |
| Surface des taches en mm ² /pieds ² du papier | 68 | 462 |
| Blancheur G.E. (%) | 54,43 | 57,04 |

*Les unités de mesure n'étaient pas publiées.

L'analyse d'image montre que le système de désencrage par explosion produit de plus petites particules que le système classique. Les résultats d'une cuisson de 4 minutes à 190 °C et à 203 °C obtenus par Bouchette [44] ont confirmé ces données. Ce système produit des particules d'encre d'une faible dimension. La grandeur de celles-ci varie entre 5 et 25 microns [42]. Par conséquent, le système de lavage fut retenu de préférence à celui de la flottation qui se veut plus dispendieux et qui est conçu pour de plus grandes particules. Cependant le lavage consomme plus d'eau que la flottation. La venue de nouveaux équipements de lavage consommant moins d'eau a toutefois permis de rétablir un certain équilibre entre le lavage et la flottation [120]. Les fibres perdues lors de la flottation sont plus longues et de plus

grande valeur, mais leur quantité est moins grande. Le lavage donne lieu à des refus dont la teneur en fibres et en fines est plus élevée, mais les propriétés de la pâte produite compensent généralement cet effet négatif sur la rentabilité du procédé [120].

Le papier sans bois imprimé par l'encre laser fut utilisé dans l'étude de Sharma *et al.* [49]. Ils utilisèrent la soude caustique, le sulfite de sodium et un agent tensioactif, l'alkyl méthyle pyrrolidone. Ils conclurent que le sulfite de sodium est le principal facteur déterminant la qualité de la blancheur. La meilleure blancheur fut obtenue au cours de la courte cuisson et sans l'agent tensioactif. Le coefficient de l'absorption de la lumière fut réduit en ajoutant le sulfite de sodium. La comparaison entre les pâtes fabriquées par explosion et sans explosion démontra une meilleure blancheur pour le papier recyclé par explosion. La résistance à la traction, la surface de liaison relative et la résistance à la rupture à mâchoires jointes furent inférieures pour la pâte recyclée par explosion. Ceci indiqua que la décharge brusque de la pression peut causer des dommages sur des fibres.

Les résultats de deux autres recherches dans lesquelles le papier sans bois imprimé avec l'encre laser était utilisé furent publiés par Marchessault *et al.* et Debzi *et al.* [50-52]. Le papier fut recyclé par explosion à la vapeur et désencré en utilisant une séparation magnétique du toner. La soude caustique et le sulfite de sodium utilisés dans l'imprégnation du papier eurent comme effet de protéger la cellulose contre l'hydrolyse causée par l'acidité de la vapeur. L'évaluation des propriétés physiques des formettes standards montra un affaiblissement des caractéristiques optiques et mécaniques des fibres par rapport aux propriétés initiales du papier non traité.

Ahmed *et al.* appliquèrent le procédé de recyclage par explosion à la vapeur sur du vieux papier journal imprégné d'une solution de sulfite de sodium [53]. Le flacon de drainage dynamique fut utilisé pour le lavage de la pâte recyclée. La pâte lavée était d'une blancheur supérieure, mais possédait des propriétés mécaniques inférieures à la pâte non-lavée. Cet effet fut expliqué par la perte des fines. Dans leur étude, ils conclurent que la température et le temps de traitement dans le réacteur sont les facteurs primordiaux pour le recyclage par explosion. La blancheur fut affectée par un temps de traitement relativement long et une température élevée. Ils suggérèrent l'utilisation de sulfite de sodium pour l'augmentation de la blancheur et l'amélioration des propriétés mécaniques. Le mécanisme du fonctionnement du sulfite de sodium implique que, en s'oxydant en sulfate de sodium, il devrait empêcher l'oxydation de la cellulose du papier fin et il devrait empêcher la création de chromophores dans la structure de la lignine du papier avec bois.

Le papier journal et l'imprégnation d'eau furent utilisés dans la recherche récemment publiée par Ruzinsky et Kokta [54]. Le lavage de la pâte recyclée par explosion fut effectué dans le flacon de drainage dynamique. Il fut constaté que la blancheur diminue lorsqu'on augmente le temps de cuisson et la température, et cela malgré la diminution de la quantité de l'encre résiduelle dans le papier. Les auteurs suggérèrent l'utilisation du sulfite de sodium, un antioxydant, pour protéger la blancheur, car le jaunissement fut la cause de la détérioration de la blancheur. De plus, les propriétés mécaniques furent diminuées en augmentant la sévérité de la cuisson. Il fut suggéré d'utiliser l'hydroxyde de sodium, le silicate de sodium, le peroxyde et un agent tensioactif pour le papier difficile à recycler afin d'empêcher l'hydrolyse, de maximiser le décrochage de l'encre de la surface fibreuse et d'améliorer les propriétés

mécaniques et optiques. Une température de 190 °C et un temps court de 1 ou 2 minutes furent proposés pour le recyclage par explosion.

2.2 Le désencrage du papier.

Le désencrage du vieux papier est essentiellement une opération qui consiste à éliminer l'encre qui fut déposée sur la surface du papier au cours de l'impression. Toutefois, le papier recyclé a une mauvaise blancheur. La propreté et la blancheur du papier dépendent donc de l'efficacité du désencrage. De plus, si cela est nécessaire, on peut utiliser le blanchiment.

Par le désencrage on comprend automatiquement aussi le recyclage du papier. La principale différence entre le recyclage classique et le recyclage par explosion est l'utilisation du tritrateur lors du recyclage conventionnel.

Le recyclage et le désencrage furent tout d'abord brevetés par Mathias Koop en Grande Bretagne en 1800 [55], mais le procédé mis au point ne fut utilisé sur le plan commercial qu'au début de notre siècle. La première flottation fut brevetée par Alcide Froment [56] en 1903. Le gaz fut libéré d'une solution acide dans laquelle le carbonate ou le sulfite était présent. Les particules solides furent continuellement agitées dans l'eau et une mousse s'est maintenue à la surface de l'eau [57]. Inspiré du traitement de minerai, on l'adapta et l'utilisa pour le désencrage de vieux papiers. Au début des années 1960, puis surtout dans la décennie 1970, le procédé de désencrage par la flottation connut un essor considérable en Europe et au Japon. La séparation des particules par flottation dépend des caractéristiques de la surface et le système peut les séparer sans égard à la densité.

Les différentes étapes du traitement par désencrage sont les suivantes:

- 1 - la mise en suspension du vieux papier
- 2 - le décrochage de l'encre
- 3 - la dispersion des particules d'encre
- 4 - l'élimination de ces particules de la pâte.

En premier lieu, l'encre doit être décrochée de la surface des fibres et être maintenue sous forme de particules dans la phase aqueuse. Le décrochage des particules d'encre est le résultat de quatre actions principales, qui sont les suivantes:

- 1 - le gonflement des fibres et l'ouverture des fibrilles par un agent alcalin (hydroxyde de sodium et/ou silicate de sodium)
- 2 - le frottement mécanique fibre à fibre et le cisaillement engendré par les agitateurs et les pompes (le frottement mécanique sera effectué par explosion dans le cadre de cette recherche)
- 3 - la température élevée qui mène à une action chimique vigoureuse (cinétique plus rapide, solubilité plus grande, diminution de l'adhésion entre la fibre et l'encre et diminution de la cohésion de l'encre) et à une action mécanique (réduction de viscosité)
- 4 - la solvation chimique par l'eau due à la formation de micelles.

L'efficacité du désencrage, qui est responsable de la propreté du papier, dépend en partie de la grosseur des particules [58-62]. Le lavage est basé essentiellement sur les différences géométriques: les fibres ont des longueurs de l'ordre du millimètre, alors que les charges minérales et les particules d'encre sont au moins 30 fois inférieures à cette longueur. L'efficacité de la flottation est reliée à la dimension des particules d'encre décrochées. Celles inférieures à 20 microns ne sont pas éliminées par la flottation et le procédé de lavage serait plus efficace pour celles-ci [62]. La figure 3.1 illustre les différents niveaux d'efficacité des quatre méthodes utilisées actuellement pour éliminer l'encre, par rapport à la dimension des particules d'encre après une remise en pâte typique [63,64].

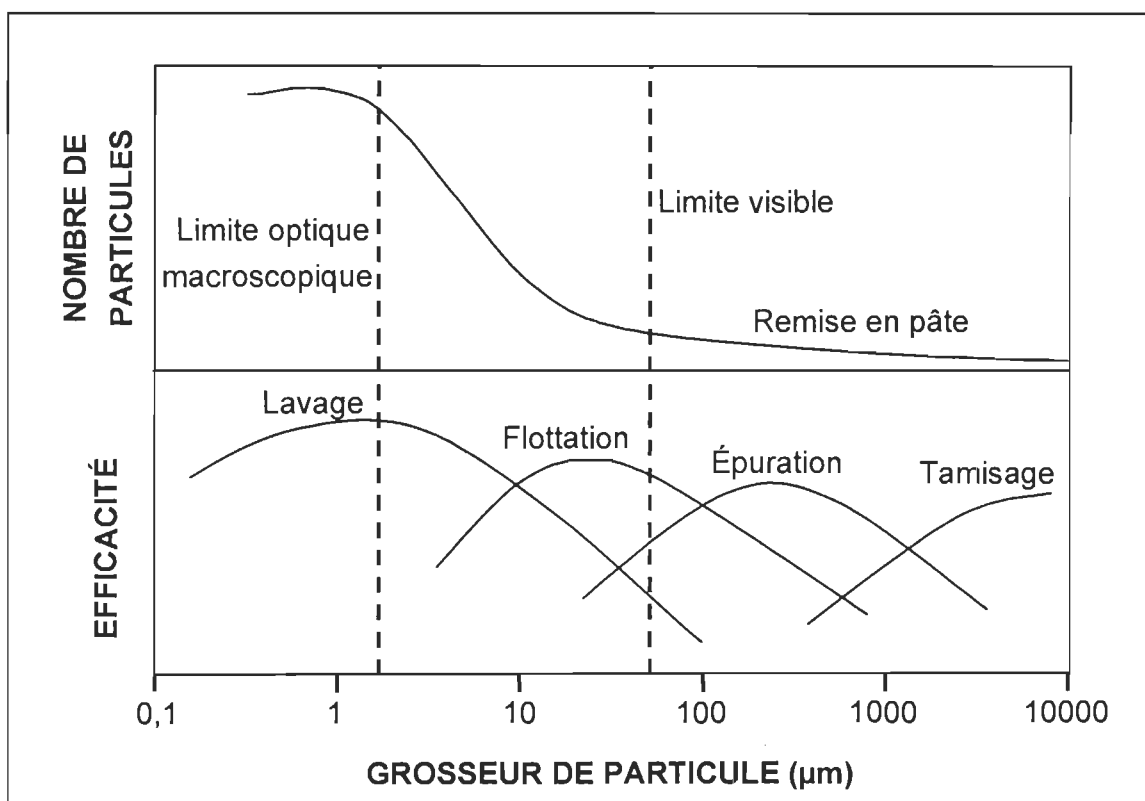


FIGURE 2.2 L'efficacité des méthodes de désencrage.

2.2.1 Le désencrage par lavage

Comme il fut mentionné précédemment, le lavage est basé essentiellement sur l'utilisation des différences géométriques: les fibres ont des longueurs de l'ordre du millimètre, alors que les charges minérales et les particules d'encre sont initialement 30 fois inférieures à ces longueurs. On utilise souvent les agents tensioactifs comme les copolymères Eo/Po, les glycols et les alkoxyates des alcools gras pour mieux disperser l'encre. Les produits chimiques devront rendre les particules d'encre hydrophiles pour qu'elles soient bien dispersées dans l'eau et, ainsi, facilement entraînées par l'eau de lavage dans le filtrat. L'élimination de l'encre par le lavage est essentiellement un procédé de blanchissage.

Le principe de la séparation par lavage consiste donc à arrêter, grâce à des tamis dont les mailles sont de dimensions appropriées, les fibres et à laisser l'eau entraîner les charges et l'encre. Les particules doivent être petites (< 20 microns) et bien dispersées [66].

Après un passage sur les trois filtres laveurs, la pâte concentrée est diluée, épurée et dès lors prête à l'emploi. Étant donné que les filtres d'épaississeurs classiques permettent d'augmenter d'environ 6 fois la concentration d'une suspension de pâte, si on admet que les éléments fins (charge, encre) se comportent comme s'ils étaient en solution, les 85% d'eau filtrée au cours de chaque opération d'épaississage entraînent 85% de ces éléments. Dans ces conditions, en utilisant trois épaississeurs-laveurs successivement, environ 99,5% de la charge et de l'encre devraient être éliminés. En réalité, tel n'est pas le cas, puisque les particules d'encre et de

charge ont quelques dizaines de microns de dimension et que le matelas des fibres les retient partiellement. Par ailleurs, certains phénomènes physico-chimiques créent une certaine adhésion (redéposition) fibre-encre, fibre-charge qui, venant s'ajouter à une individualisation qui n'est pas nécessairement complète lors de la désintégration initiale au triturateur, empêche en définitive l'élimination théorique de 99,5% mentionnée précédemment.

2.2.2 Le désencrage par flottation.

L'élimination de l'encre par flottation s'effectue en deux étapes fondamentales. L'encre est décrochée des fibres mécaniquement dans un triturateur à haute consistance. Le décrochage se fait essentiellement par la friction entre les fibres, entre les fibres et le rotor ainsi que par l'action simultanée d'un ou plusieurs agents chimiques. Pour obtenir un bon décrochage de l'encre, la trituration nécessite un milieu basique (pH de 9,5 à 10,5). La soude caustique et le silicate permettent d'obtenir le pH désiré et provoquent le gonflement des fibres, les rendant perméables à la solution de désencrage. Le travail de la soude caustique ou du silicate combiné à l'action mécanique du triturateur favorise le détachement de l'encre. L'ajout d'un agent tensioactif abaisse la tension superficielle de l'eau et facilite le mouillage des vieux papiers. Son pouvoir détergent provoque la saponification du liant des encres, réduisant ainsi la force du lien entre l'encre et la fibre, l'agent tensioactif les enrobe et les stabilise [67].

Le désencrage par flottation élimine des particules plus grandes (30 - 150 μm) que le désencrage par lavage. Le procédé de flottation fait appel aux différences physiques et physico-chimiques pour éliminer l'encre de la

suspension fibreuse. On ajoute les surfactants pour rendre la surface de l'encre hydrophobe et augmenter la tendance d'accrochage par les bulles d'air [66].

Selon le modèle de Larson [121] le savon d'acide gras, sous forme de sodium, se combine spontanément aux ions Ca^{2+} pour former des particules de savon de calcium d'un diamètre approximatif de 0,5 μm . Insolubles, ces particules de savon rendent les particules d'encre hydrophobes lorsqu'elles les recouvrent. Ce caractère hydrophobe permet l'accrochage des particules d'encre aux bulles d'air. Par contre le modèle de Putz [121] explique l'accrochage des particules d'encre par l'adsorption de la partie hydrophobe du surfactant sur la surface des particules et sur les bulles d'air. Un élément durcisseur de l'eau contribue à la jonction électrostatique des particules d'encre et des bulles d'air.

Une cellule de flottation est une cuve au fond de laquelle se trouve un mélangeur dont la fonction est d'assurer un mélange intime entre la pâte diluée (1%) et l'air. L'air élève l'encre vers la surface de l'eau et la mousse qui s'y forme contient alors l'encre séparée. Grâce à l'action combinée des bulles d'air et des réactifs chimiques (savon en particulier), on obtient une séparation sélective des particules d'encre collectées qui s'accumulent à la surface de la mousse. Cette dernière est raclée par un système de palettes, puis évacuée dans une goulotte vers le second étage de traitement. Ensuite, la pâte s'écoule sous la couche de mousse, par-dessus un déversoir, vers la cellule suivante.

2.3 L'approche théorique.

Dans cette partie sont décrites les forces d'interactions, les réactions chimiques, la composition chimique de l'encre et les liaisons encre - fibres qui ont un rôle important lors du recyclage et du désencrage du papier par explosion.

Le désencrage des vieux papiers consiste à éliminer l'encre qui fut déposée sur la surface du papier au cours de l'impression, afin d'obtenir une pâte propre ayant un niveau de qualité acceptable au moment de la fabrication du nouveau papier. Cette opération s'effectue avec le décrochage de l'encre de la surface du papier et de son élimination de la suspension fibreuse. Pour obtenir un bon décrochage de l'encre, il faut que les liaisons entre les fibres et l'encre s'affaiblissent le plus possible. En utilisant le procédé d'explosion, le décrochage serait favorisé par les conditions de traitement, soit une température élevée jusqu'à 190 °C ou 200 °C, un relâchement brusque de pression et l'impact du papier contre la paroi du réservoir, lesquels entraîneraient le détachement de l'encre et sa dispersion en de petites particules. L'explosion et l'impact remplacent le frottement mécanique des fibres dans le tritrateur classique.

2.3.1 Les forces d'interactions entre les surfaces.

Pour séparer deux surfaces il faut exercer certaine force et le travail. Les fibres et l'encre constituent un système à deux solides. Les interactions sur le plan moléculaire pourraient être exprimées par la dépendance de force en fonction de la distance [68].

Il y a deux forces principales:

1. force d'attraction:

$$F_A = - \frac{\partial V_A}{\partial V_O} \quad [2.1]$$

2. force de répulsion:

$$F_R = - \frac{\partial V_R}{\partial V_O} \quad [2.2]$$

V_A = énergie potentielle d'attraction par cm^2 de plaque

V_O = distance entre deux plaques

V_R = énergie potentielle de répulsion par cm^2 de plaque

L'énergie pourrait être obtenue par l'intégration de la force, en considérant la distance. Pour diviser deux surfaces comme la fibre et l'encre, il faut avoir une force qui est plus grande que la force d'adhésion entre ces deux substances. Le travail de cohésion est défini par Harkins [69] comme le travail requis pour séparer la colonne de liquide de 1 cm^2 à la coupe transversale. Si la tension de surface est γ_A , le travail de cohésion sera le suivant [70]:

$$W_c = 2 \cdot \gamma_A \quad [2.3]$$

L'effet net génère deux nouvelles surfaces, pour finalement former une surface totale de 2 cm^2 .

Dans le cas de deux liquides non-miscibles A et B, la surface interfaciale est égale à 1 cm^2 . La séparation de ces deux liquides signifie la

formation de deux surfaces avec une tension de surface γ_A et une autre tension de surface γ_B . De même, se produit, simultanément, la tension de surface γ_{AB} , qui correspond à la tension interfaciale entre deux liquides. Le travail d'adhésion équivaut à l'expression suivante:

$$W_a = \gamma_A + \gamma_B - \gamma_{AB} \quad [2.4]$$

Cette formule pourrait aussi être appliquée pour les corps solides.

L'influence de la température sur la tension de surface pourrait s'exprimer par l'équation 2.5 de Ramsay et Shields [71].

$$\gamma (M/r)^{2/3} = k (T_c - T - 6) \quad [2.5]$$

M = poids moléculaire

r = densité du liquide

T_c = température critique

k = constante du liquide

M/r = volume moléculaire

$\gamma (M/r)^{2/3}$ = énergie moléculaire libre de surface

L'équation empirique simple [70] qui lie la température T en fonction de la tension de surface γ est la suivante:

$$\gamma = \gamma_o (1 - b \cdot T) \quad [2.6]$$

où b est une constante et γ_0 est une tension de surface aux conditions standards. Si on augmente la température, l'énergie cinétique des molécules s'élèvera et l'attraction entre les molécules diminuera. Autrement, la tension de surface descend si la température s'élève.

En appliquant cette théorie, une température élevée devrait favoriser le décrochage de l'encre des fibres ainsi que sa dispersion en de petites particules, cela parce que la tension de surface sera diminuée. Ainsi, le travail ou la force nécessaire pour le détachement à la température de 180 °C à 200 °C sera moindre que celui du procédé classique. L'influence du relâchement brusque après la cuisson devrait mener à la désintégration partielle du papier, au détachement de l'encre et à sa désintégration.

2.3.2 L'approche théorique au niveau chimique.

Dans les vieux papiers, on retrouve tous les types de fibres de bois. La composition du papier journal est généralement de 10 à 15% de pâte kraft ou sulfite et de 85 à 90% de pâte mécanique de meule. Il peut également contenir de la pâte chimico-thermomécanique, de la pâte thermomécanique, de la pâte chimicomécanique ou des fibres recyclées. Les fibres de la pâte mécanique se composent de lignine, de cellulose et d'hémicelluloses. La quantité et la qualité de ces composantes varient selon le type de bois et le type de procédé de fabrication. La pâte kraft se compose de 80% et plus de cellulose, le reste étant des hémicelluloses et des traces de lignine. Les pâtes mécaniques et chimicomécaniques contiennent une importante quantité de lignine.

Les conditions du procédé, telles la température élevée et la présence de produits chimiques, ainsi que les réactions chimiques conséquentes ont une forte influence sur les propriétés du papier recyclé. L'oxydation est responsable de la dégradation de la blancheur et des propriétés mécaniques. Tanahashi *et al.* [72] proposèrent le mécanisme des réactions de radicaux pour la lignine (voir la figure 2.3). Les liens d'éther β -O-4 sont rompus, ce qui crée des radicaux d'alcool coniférique et d'alcool synapylique.

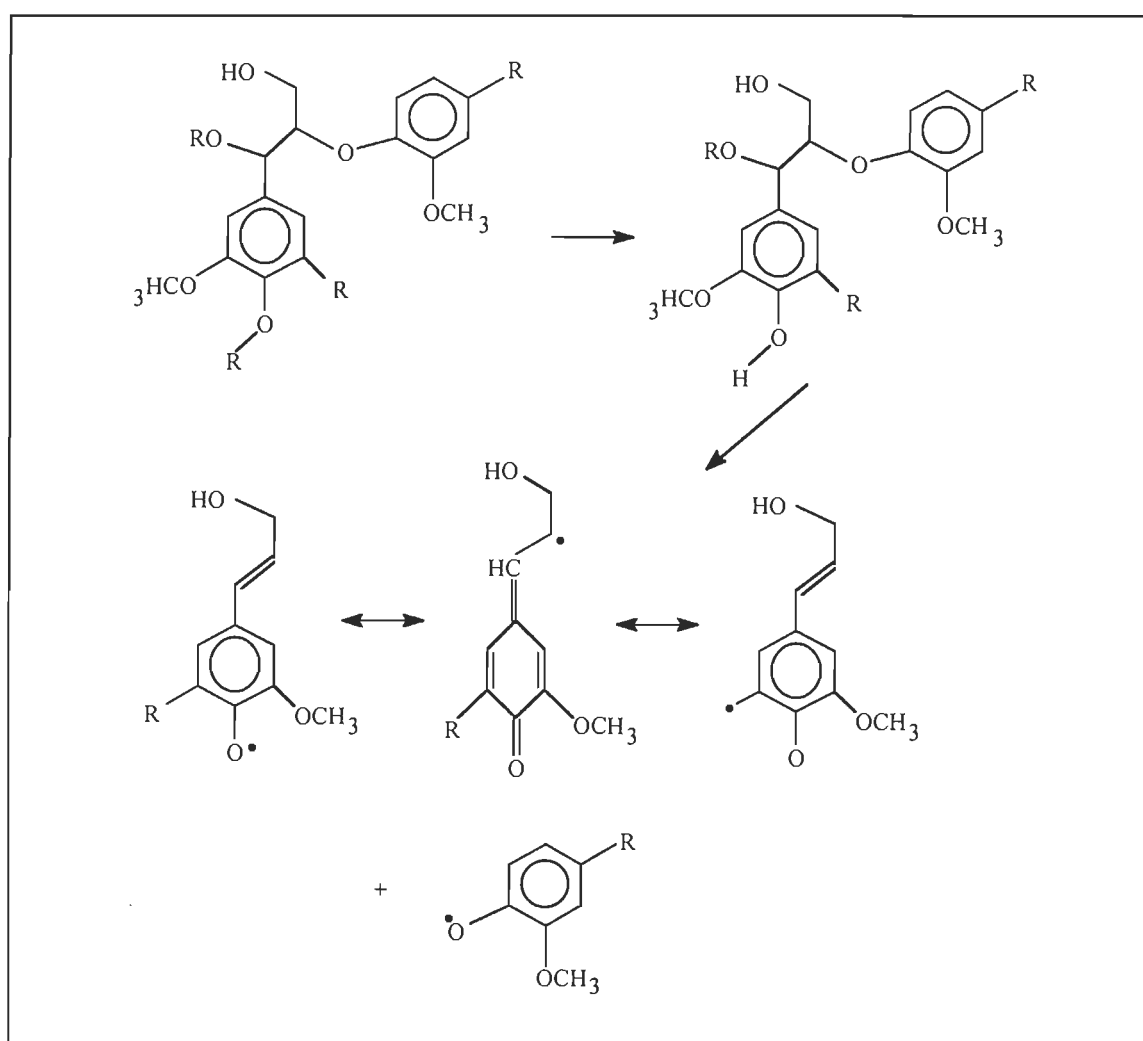


FIGURE 2.3 Le mécanisme de la réaction chimique de la lignine selon Tanahashi.

Dans la fabrication des pâtes à très haut rendement, la lignine ne doit pas être dissoute mais plutôt sulfonée pour améliorer les caractéristiques papetières des fibres. En ce qui concerne le recyclage et désencrage, la présence du sulfite de sodium permettra une sulfonation additionnelle (voir les figures 2.4 et 2.5), ce qui pourrait rendre les fibres plus favorables à une liaison d'hydrogène. De même, le sulfite, en s'oxydant au sulfate, protège les fibres contre l'oxydation.

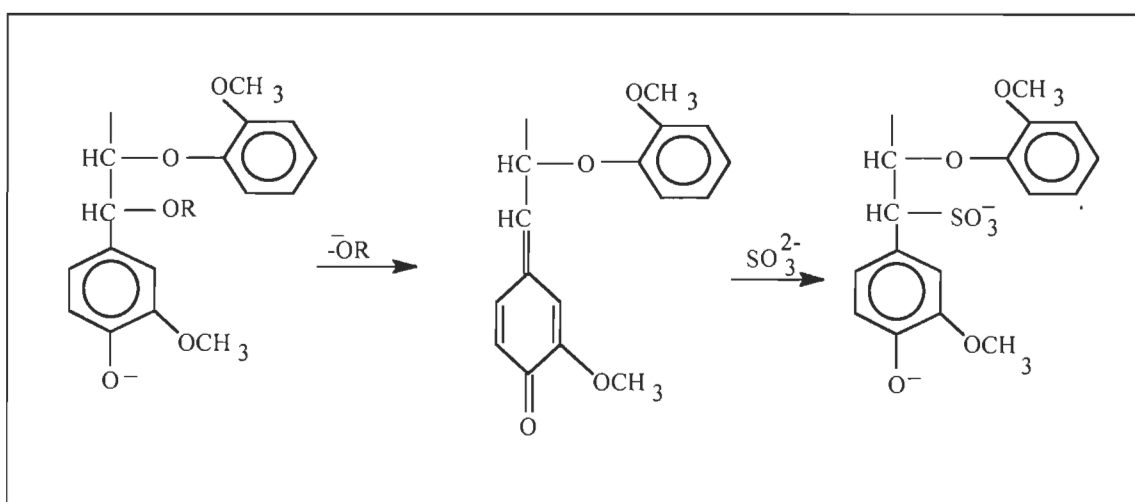


FIGURE 2.4 La réaction de sulfonation de la lignine en milieu alcalin.

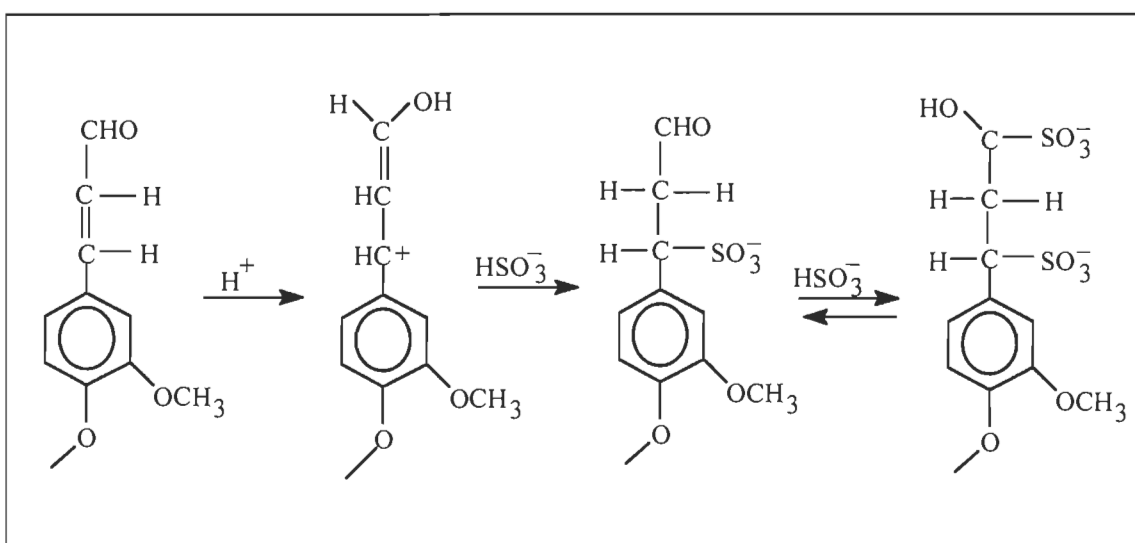
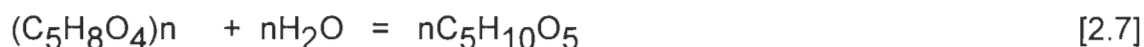


FIGURE 2.5 La réaction de sulfonation de la lignine en milieu acide.

Par ailleurs, l'hydrolyse des adjuvants qui se trouvent sur la surface des fibres et des hémicelluloses pourrait diminuer la liaison entre les fibres et l'encre. Évidemment, l'hydrolyse excessive n'a pas un effet positif et cause même la diminution du degré de polymérisation de la cellulose. La réaction d'hydrolyse des pentosanes est illustrée dans la formule 2.7 et la réaction d'hydrolyse des hexosanes est illustrée dans la formule 2.8.



2.3.3 La composition de l'encre et l'impression du papier.

La composition d'encre et sa fixation sur le papier affectent significativement le recyclage et le désencrage du papier. Une encre est toujours composée de quatre constituantes:

1. Une composante colorante, le plus souvent insoluble (colorant pigmentaire), qui donne à l'imprimé ses caractéristiques, telles le teint, l'intensité et la fraîcheur, mais aussi certaines de ses caractéristiques de solidité (solidité à la lumière, aux solvants, aux alcalis, etc.).
2. Un "véhicule" (huile minérale, eau), qui transporte la partie colorante sur la presse à imprimer, depuis l'encrier jusqu'au support, en passant par l'intermédiaire du cliché. Le véhicule maintient l'encre à l'état fluide et facilite le transfert de l'encre du système d'encrage jusqu'au papier.

3. Un liant, qui est généralement constitué d'une résine. Son utilité consiste essentiellement à permettre la dispersion des pigments et à les retenir sur la surface du papier après l'impression.
4. Des additifs, comme des agents antimousses, des cires et des agents dispersants.

Le tableau 2.4 montre les principaux éléments constituant des encres à journaux noires [73]. Comme on peut le constater, la principale différence entre les encres offset et les autres réside dans le véhicule et le liant, les pigments étant les mêmes.

TABEAU 2.4 Les constituantes des encres d'impression utilisées pour le papier journal [73].

| | Pigment | Liant | Véhicule | Additifs |
|---------------------|--------------------------|----------------------------------|---------------------------------|--------------------------------------|
| Offset | Charbon noir 16 - 20% | Résines alkydes 0 - 15% | Huiles minérales 55 - 80% | Cires |
| Flexo- graphique | Charbon noir 12 - 16% | Résines acryliques 9 - 12% | Eau 65 - 77% | Antimousse; Cires; Dispersants |
| Typo- graphique | Charbon noir 10 - 15% | Diverses résines | Huiles minérales 70 - 90% | Cires |

2.3.3.1 La fixation de l'encre.

La liaison encre-fibre est un facteur important pour le décrochage de l'encre des fibres et dépend du processus de fixation de l'encre. La fixation de l'encre au support qu'est le papier et le mécanisme de séchage se font, selon la

composition de l'encre, à travers plusieurs processus physiques ou physico-chimiques qui, le plus souvent, ont lieu simultanément. Ces processus sont les suivants:

1. La pénétration totale: l'encre, de faible viscosité, ne subit aucune transformation mais pénètre dans le support très poreux. C'est le cas, par exemple, d'une encre typo-rotative imprimée sur un papier journal.
2. L'évaporation de la partie fluide de l'encre (solvant) pour donner un film solide (pigment + résine). C'est le cas, par exemple, d'une encre héliogravure à une température relativement faible, ou d'une encre offset rotative "heat-set" à la température élevée du sécheur.
3. La filtration sélective de la partie fluide de l'encre (huile légère) au contact d'un support micro-poreux (papier couché). Cette filtration est d'autant plus rapide que l'encre est polydispersée et le papier micro-poreux.

Ces trois processus sont purement physiques et s'effectuent très rapidement après l'impression. Ils conditionnent la "fixation immédiate" de l'encre au support. La "fixation définitive" s'effectue par des processus physico-chimiques plus lents qui conditionnent surtout la solidité mécanique du film d'encre sec. Il y en a deux:

1. L'oxydo-polymérisation: l'oxygène de l'air est fixé par le vernis; il constitue des ponts entre les molécules voisines et permet ainsi la construction d'un réseau polymérisé complexe, lequel forme un film

solide et cohérent. Cette réaction est déclenchée et activée par des catalyseurs: les siccatifs.

2. La réaction chimique: deux ou plusieurs types de molécules réagissent entre elles pour former un polymère solide et cohérent. La réaction peut être déclenchée juste après l'impression par l'action combinée de catalyseurs et/ou d'une source d'énergie extérieure qui activent les groupements réactifs. C'est le cas, entre autres, des nouvelles encres séchant aux rayons ultraviolets.

2.3.3.2 Les liaisons encre - fibres.

Les liaisons entre l'encre et la fibre affectent significativement le décrochage de l'encre. La liaison entre deux surfaces comme celles de l'encre et de la fibre pourrait être divisée en deux catégories: les liaisons physico-chimiques et les liaisons chimiques. Les liaisons physico-chimiques sont surtout les liaisons faibles de Van Der Waals. Elles dépendent de la surface spécifique des fibres et de la porosité du papier. Les liaisons chimiques, pour leur part, dépendent des groupes chimiques de la surface des fibres et de l'encre. À la surface des fibres se trouvent les groupes OH (phénoliques ou aliphatiques), sulfoniques, carboxyliques et aldéhydiques. En ce qui concerne les encres, la présence des liants s'avère des plus significatives pour la liaison. On utilise souvent les résines alkydes, les résines acryliques et les copolymères de styrène. Entre le liant et la fibre pourraient s'établir des liaisons d'hydrogène et d'ester. L'effet de vieillissement entraîne aussi les liaisons covalentes entre les constituantes du papier et le liant de l'encre [74]. Ces liaisons sont incorporées par l'oxydation de résine et il est très difficile de rompre ce type de liaison.

2.3.4 L'approche théorique au niveau physique.

Sukhov *et al.* [75] étudièrent les changements de cristallinité dans des conditions de hautes températures et trouvèrent que la cellulose désordonnée se change en cellulose ordonnée. Selon leur théorie [75], la recristallisation pourrait être une des raisons de l'amélioration des propriétés physiques pour la pâte d'explosion. Toutefois, cet effet pourrait avoir lieu aussi pendant le recyclage du papier assisté à la vapeur, à une température d'environ 190 °C.

CHAPITRE III

MÉTHODOLOGIE DE LA RECHERCHE

Les objectifs qui furent choisis dans ce travail visaient à éclairer les mécanismes fondamentaux du recyclage par le procédé de mise en pâte d'explosion. Les résultats obtenus peuvent aider à mieux définir les conditions optimales pour une éventuelle application commerciale du procédé. L'originalité de la présente recherche est qu'elle contribue aux connaissances fondamentales et à la compréhension de l'effet du recyclage sur les propriétés physico-chimiques du papier par un traitement à la vapeur saturée à une très haute température suivi par une explosion.

Le recyclage du papier à une température très élevée suivi par l'explosion est un procédé relativement nouveau. Ce procédé est une excellente alternative aux procédés de désencrage conventionnels. Les conditions du procédé mènent à une encre qui a des particules plus petites et qui peut être éliminée par le système de lavage au lieu d'utiliser le système de flottation. Un grand avantage à considérer est l'économie qu'offre au marché le procédé de désencrage par explosion. Cependant le procédé de recyclage par explosion peut être suivi par la flottation, même si les particules d'encre sont très petites, car l'agent collecteur de flottation peut provoquer l'agglomération des particules qui peuvent être enlevées dans la cellule de flottation.

Puisque la mise en pâte d'explosion est essentiellement un procédé thermomécanique, on suppose que les facteurs les plus importants sont la

température de cuisson, le temps de traitement et le changement brusque de la pression à la fin de la cuisson.

Puisque les fibres peuvent désormais être recyclées plusieurs fois, l'une des études dans ce travail fut de déterminer l'impact du recyclage multiple et du recyclage lui même sur le papier. Finalement, il y eut tentative de diminuer les effets négatifs du recyclage par l'addition d'agents chimiques, tels le Na_2SO_3 , utilisé comme antioxydant, ou le Na_2SiO_3 , utilisé comme agent de prévention contre la redéposition de l'encre sur les fibres.

3.1 La description du projet et des objectifs.

Le projet se voulait une application de la mise en pâte d'explosion au recyclage et désencrage. Cela inclut le recyclage du papier à une température très élevée suivi par l'explosion, et l'analyse de l'effet de ce procédé sur le désencrage. Les objectifs de la recherche étaient les suivants:

1. Évaluer l'effet du recyclage multiple assisté à la vapeur (cinq recyclages consécutifs) sur les propriétés physico-chimiques, mécaniques et optiques des papiers issus des pâtes kraft, thermomécanique, chimico-thermomécanique, chimicomécanique et d'explosion.
2. Étudier l'effet des conditions opérationnelles sur le désencrage du vieux papier journal en variant la température, le temps de traitement, les concentrations de sulfite de sodium et de silicate de sodium ainsi que les différents rapports solution/papier.

3. Établir les conditions optimales pour le recyclage par explosion du vieux papier journal en fonction des propriétés papetières et optiques.
4. Déterminer les corrélations entre les propriétés physico-chimiques de la pâte recyclée et les propriétés mécaniques et optiques du papier.
5. Comparer la performance du recyclage assisté à la vapeur avec les procédés de recyclage conventionnels.

3.2 Le recyclage multiple.

Les propriétés papetières des matières issues du procédé de recyclage chutent considérablement après le premier recyclage. Pour les élever à un niveau supérieur, il faut utiliser des produits chimiques comme la soude caustique, le peroxyde de sodium, l'hypochlorite de sodium, l'hydrosulfite de sodium ou l'acide formamidine sulfinique.

Dans une recherche antérieure, on constata une meilleure résistance à la traction du papier issu de la pâte mécanique de meule recyclée par explosion (sans produit chimique) comparativement au recyclage classique (voir le tableau 2.2). Toutefois, les propriétés mécaniques du papier couché recyclé par explosion sont identiques à celles obtenues par le recyclage classique (voir le tableau 2.1).

Le but de la présente recherche était de déterminer, sur une base scientifique, le rôle de l'explosion de la vapeur saturée dans le recyclage sans produit chimique, ainsi que les effets de ce procédé sur les propriétés

mécaniques et optiques. Le travail met en lumière l'évaluation du système de recyclage multiple par explosion en établissant les différences entre les feuilles originales et les feuilles recyclées jusqu'à cinq fois. D'après une simulation assistée par ordinateur faite aux États-Unis, le contenu de fibres recyclées cinq fois ne devrait pas dépasser 2% dans le papier recyclé [97]. Les propriétés mécaniques et optiques dépendent des propriétés des fibres et de leur capacité à former un nouveau papier. Le papier et les fibres subissent un traitement dont les conditions sont très sévères, et ce dans un temps court. Ces conditions (température, pression, explosion) amènent la désintégration du papier, le décrochage de l'encre du papier imprimé, mais aussi des changements morphologiques et des changements physico-chimiques des fibres recyclées.

Furent également étudiés les changements de la morphologie tels le changement de la longueur des fibres, les défauts des fibres causés pendant le recyclage par explosion, et le changement de la composition cristalline, ainsi que les changements chimiques. Les défauts des fibres peuvent influencer la résistance à la traction. Les changements sur la surface ont une forte influence sur les propriétés mécaniques. Un meilleur développement des surfaces améliore les liaisons entre les fibres. Les changements physico-chimiques sur la surface des fibres recyclées influencent la capacité des fibres à se lier, et les changements de cristallinité peuvent influencer la résistance interne des fibres.

3.2.1 La préparation des pâtes et des feuilles.

Le travail met en lumière l'évaluation du système de recyclage par explosion en établissant les différences entre les propriétés des feuilles originales et les propriétés des feuilles recyclées. Les feuilles originales furent

préparées à partir de la pâte d'explosion (PE), de la pâte chimicomécanique (PCM), de la pâte chimico-thermomécanique (PCTM), de la pâte kraft (K), de la pâte kraft raffinée (KR) et de la pâte thermomécanique (PTM).

Les trois premières pâtes, soit les PE, PCM et PCTM furent préparées au laboratoire en utilisant le bois de tremble (*Populus Tremuloides*). Le système d'imprégnation de Na_2SO_3 et de MgCO_3 fut choisi car il fut aussi utilisé dans le travail de Ben *et al.* [76] ainsi que par Ruzinsky *et al.* [77] et obtint de bons résultats. Le traitement chimique de MgCO_3 , utilisé à la place du NaOH , peut diminuer les effets négatifs tels la perte de rendement et la perte de blancheur. On proposa le carbonate de magnésium comme agent de gonflement et de protection à l'égard du rendement et de la blancheur. Celui-ci diminue aussi la consommation en énergie de raffinage.

Une quantité de 150 g de copeaux ayant un taux d'humidité de 50% fut mélangée avec une solution de Na_2SO_3 et de MgCO_3 . La concentration de sulfite de sodium était de 8% et la concentration de carbonate de magnésium était de 1%. La température d'imprégnation était de 60 °C, avec un rapport liqueur/bois égal à 6:1 pour une durée de 24 heures. Après l'imprégnation, les copeaux furent drainés de la liqueur excessive. Un réacteur discontinu de laboratoire de 350 mL (Stake Technology) fut utilisé pour la cuisson. Une température de 190 °C et une durée de 2 minutes furent retenues pour la PE, 150 °C et 30 minutes pour la PCM et 128 °C et 10 minutes pour la PCTM. Toutes les pâtes furent raffinées en utilisant le mélangeur domestique de marque Osterizer B-8614, ce qui permit ainsi un développement des fibres qui s'approche des conditions industrielles. Shaw [78] recommanda l'utilisation des

mélangeurs pour le raffinage à petite échelle en laboratoire. Les pâtes furent raffinées jusqu'à l'indice d'égouttage d'environ 100 mL.

La pâte kraft utilisée était une pâte commerciale semi-blanchie de la compagnie Abitibi-Consolidated, de Trois-Rivières. La pâte fut fabriquée en utilisant le bois résineux à 80 ou 85%. Le bois résineux se composait de 50% d'épinette et 50% de sapin. Les 15 ou 20% restants étaient des bois feuillus divers. La pâte était issue du procédé Kamyr et l'indice Kappa se situait autour de 14 ou 16 degrés. Le rendement de cuisson était de 45 ou 50%. La pâte fut blanchie en trois étapes PHH: peroxyde, hypochlorite, hypochlorite. La pâte kraft fut lavée au laboratoire avec de l'eau déminéralisée et une partie fut également raffinée en utilisant le mélangeur Osterizer.

La pâte thermomécanique provenait de la compagnie Kruger, de Trois-Rivières. La pâte fut fabriquée en utilisant le bois d'épinette à 90%, les 10% restants étant du bois de sapin. Les copeaux furent raffinés en deux étapes: la première était un raffinage pressurisé et la deuxième était un raffinage atmosphérique.

Les feuilles de 3 grammes pour le recyclage multiple furent préparées selon les normes de l'ACPP en utilisant la formette standard cylindrique et l'eau de robinet filtrée.

3.2.2 Les étapes du recyclage multiple.

Les étapes du recyclage multiple sont illustrées dans la figure 3.1. Des échantillons de 40 g de chacun des papiers issus des différentes pâtes furent

imprégnés en utilisant de l'eau déminéralisée dans des sacs en plastique à la température de chambre (25 °C) pendant 6 heures. La durée de l'imprégnation du papier ne devrait pas avoir un effet important sur la désintégration du papier journal. Un temps d'imprégnation de 6 heures fut choisi afin de permettre à l'humidité de se répandre uniformément dans l'échantillon de papier. Le rapport eau/papier initial de l'échantillon était de 2,33 et il fut choisi selon les résultats de recherches antérieures [79]. Ce rapport eau/papier représente également un taux d'humidité dans le papier de 70%.

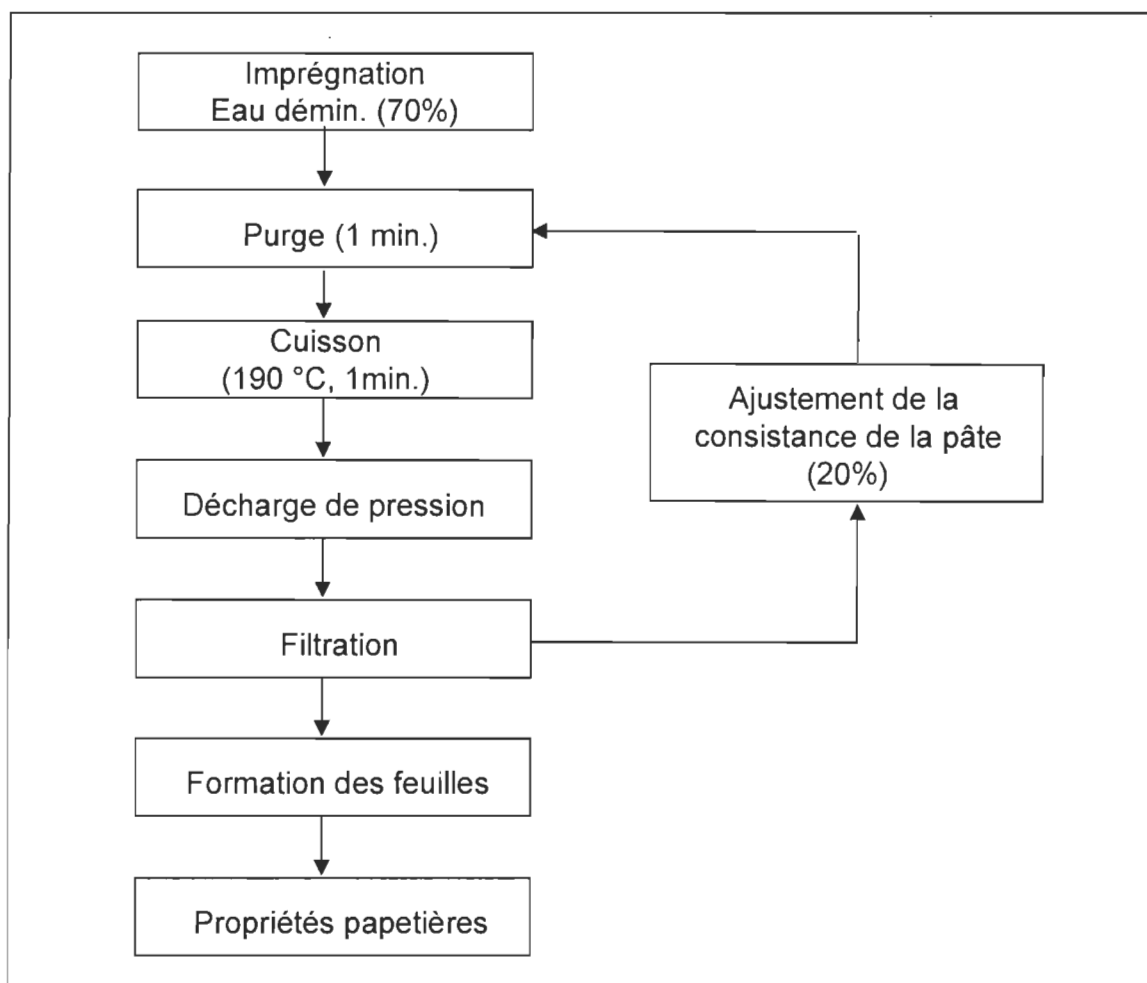


FIGURE 3.1 Les étapes du recyclage multiple.

Le réacteur discontinu Stake Technology de 350 mL fut utilisé pour le recyclage multiple (voir la figure 3.2). La cuisson à la vapeur saturée fut précédée d'une purge de vapeur d'une durée de 1 minute à la pression atmosphérique, afin de permettre le préchauffage du réacteur et l'élimination d'air - cela parce que l'oxygène présent dans le réacteur aurait pu causer l'oxydation de la matière cellulosique.

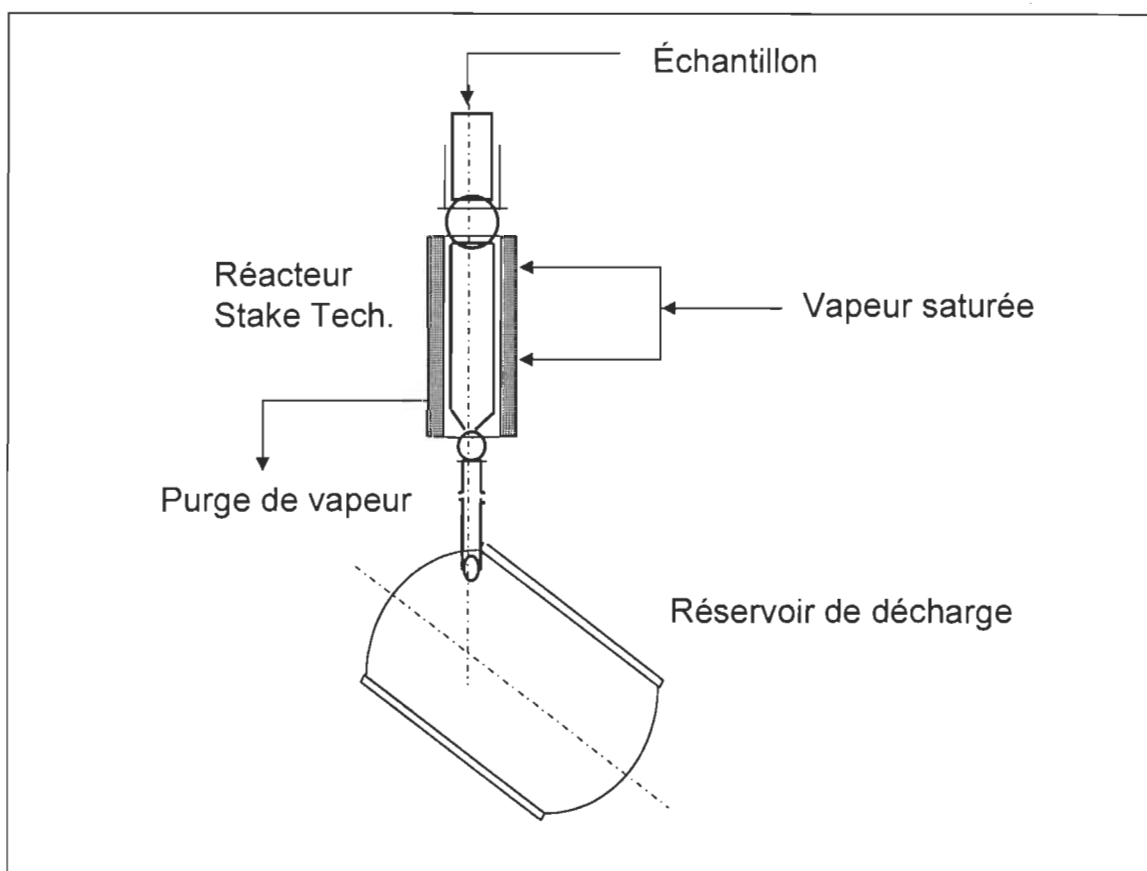


FIGURE 3.2 Schéma du réacteur Stake Technology.

Une température de cuisson de 190 °C et un temps de 1 minute furent choisis selon les recommandations de Ruzinsky et Kokta [54]. La cuisson fut suivie d'une décharge brusque de la pression, retournant à la pression atmosphérique. Le papier fut défibré par l'impact du papier contre la paroi du réservoir de décharge. La pâte recyclée fut lavée dans le réservoir de décharge

avec 4 litres d'eau froide. Ensuite, la pâte fut filtrée en utilisant l'entonnoir Büchner. La consistance de la pâte remise dans le réacteur pour être soumise à un second cycle de recyclage fut ajustée à 20%. Il y eut un maximum de cinq recyclages consécutifs. En attendant les étapes suivantes, la pâte ainsi recyclée fut entreposée dans la chambre froide à 5 °C. Les feuilles furent préparées selon les normes de l'ACPP. Les analyses des propriétés mécaniques et optiques furent effectuées en accord avec les normes de l'ACPP ou du TAPPI.

3.3 Le recyclage du papier journal avec produits chimiques.

La deuxième étape de la recherche concerne la détermination des conditions optimales, du point de vue des propriétés mécaniques et optiques, pour le recyclage et le désencrage avec l'utilisation de produits chimiques. La température et le temps de traitement sont deux paramètres qui furent aussi examinés, ainsi que le rapport solution/papier. Les conditions de la cuisson, la température et le temps de traitement couvraient la majeure partie des conditions de la mise en pâte d'explosion telles qu'elles sont définies dans les brevets [20-21].

Il y eut une évaluation de l'effet de l'addition de l'antioxydant Na_2SO_3 et de l'agent de protection Na_2SiO_3 contre la redéposition d'encre sur la surface des fibres. Le sulfite de sodium eut un effet bénéfique sur la blancheur et sur les propriétés mécaniques, mais seulement un facteur à la fois fut étudié [53]. La charge de sulfite de sodium sur le papier varia entre 0 et 20%. Dans l'étude de Ali *et al.* [65], le silicate fut responsable d'une amélioration de 3% de la blancheur. Le silicate devrait servir comme agent d'anti-redéposition de l'encre,

comme dispersant et aussi comme agent de mouillage. La charge proposée pour le silicate de sodium variait de 0 à 5% [65]. Le silicate de sodium et la soude caustique furent aussi proposés pour l'encre difficilement décrochable. Mais en ce qui concerne l'utilisation de la soude caustique, la blancheur du papier peut être affectée par un jaunissement alcalin, accentué surtout à la cuisson à haute température.

Le papier journal imprimé par offset fut choisi pour l'expérience parce qu'il représente la plus grande source de fibres pour le recyclage du point de vue de la quantité imprimée [73]. Aux États-Unis, la majorité des journaux (70%) sont imprimés en utilisant le procédé offset, le reste des impressions étant effectuées par la typographie et la flexographie [73]. Toutefois, le procédé typographique est appelé à disparaître d'ici 10 ans.

Un papier journal âgé de 4 mois fut utilisé dans ce travail - soit des échantillons du quotidien "Le Nouvelliste" de l'imprimerie Offset de Trois-Rivières. La composition de ce papier journal était la suivante: 55% de PTM, 25% de PMM et 20% de pâte au sulfite. La siccité du papier journal était de 94,4 %. La blancheur du papier non-imprimé était de 59% MgO. La longueur de rupture était de 5,5 km en sens marche (SM) et de 1,7 km en sens travers (ST). L'indice d'éclatement était de 1,6 kPa.m²/g. L'indice de déchirure était de 7 mN.m²/g en ST et de 4,5 mN.m²/g en SM. La composition de l'encre noire offset utilisée lors de l'impression était la suivante: 18% de noir de carbone, 41% de vernis résiniques et 41% d'huile minérale.

Les expériences furent effectuées selon le plan composé central (Box-Wilson) pour cinq facteurs avec trois expériences au centre, 32 expériences

factoriels et 10 expériences dans les conditions «d'étoile». Le plan expérimental ne fut pas optimisé pour réduire les nombre d'essais. Les variables étudiées étaient le temps de traitement, la température, le rapport solution/papier, la charge de Na_2SO_3 et la charge de Na_2SiO_3 . Le plan expérimental codé est montré au tableau 3.1 et les valeurs réelles sont notées au tableau 3.2.

3.3.1 Les étapes du recyclage et désencrage avec produits chimiques.

Les étapes du recyclage sont illustrées dans la figure 3.3. Les échantillons de 40 g (sec absolu) du papier journal furent imprégnés avec la solution dans les sacs en plastique à la température de chambre (25 °C) pendant 6 heures. Un temps d'imprégnation de 6 heures fut choisi pour permettre une pénétration uniforme des produits chimiques dans l'échantillon du papier. Les mêmes pages des journaux furent sélectionnées pour éviter toutes variations de teinte et de quantité d'encre parmi les échantillons.

La cuisson avec la vapeur saturée fut effectuée dans le même réacteur Stake Technology que celui utilisé pour le recyclage multiple. La cuisson fut précédée d'une purge de 1 minute avec la vapeur saturée à la pression atmosphérique. La décharge brusque de pression termina la cuisson et la pâte fut récupérée du réservoir de décharge. Le rendement fut déterminé après la cuisson en comparant le poids du papier (sec absolu) initial avec le poids de la pâte filtrée (sec absolu) après la cuisson. La pâte fut filtrée en utilisant le papier de filtration #202 et l'entonnoir Büchner.

La pâte fut homogénéisée pendant 45 secondes dans le mélangeur de laboratoire. Avant le lavage dynamique, la consistance de la pâte recyclée fut

TABLEAU 3.1 Les facteurs codés du plan expérimental.

| No. | Temps | Température | Rapport solution/ papier | Na ₂ SO ₃ | Na ₂ SiO ₃ |
|-----|--------|-------------|-----------------------------|---------------------------------|----------------------------------|
| 1 | -1 | -1 | -1 | -1 | -1 |
| 2 | 1 | -1 | -1 | -1 | -1 |
| 3 | -1 | 1 | -1 | -1 | -1 |
| 4 | 1 | 1 | -1 | -1 | -1 |
| 5 | -1 | -1 | 1 | -1 | -1 |
| 6 | 1 | -1 | 1 | -1 | -1 |
| 7 | -1 | 1 | 1 | -1 | -1 |
| 8 | 1 | 1 | 1 | -1 | -1 |
| 9 | -1 | -1 | -1 | 1 | -1 |
| 10 | 1 | -1 | -1 | 1 | -1 |
| 11 | -1 | 1 | -1 | 1 | -1 |
| 12 | 1 | 1 | -1 | 1 | -1 |
| 13 | -1 | -1 | 1 | 1 | -1 |
| 14 | 1 | -1 | 1 | 1 | -1 |
| 15 | -1 | 1 | 1 | 1 | -1 |
| 16 | 1 | 1 | 1 | 1 | -1 |
| 17 | -1 | -1 | -1 | -1 | 1 |
| 18 | 1 | -1 | -1 | -1 | 1 |
| 19 | -1 | 1 | -1 | -1 | 1 |
| 20 | 1 | 1 | -1 | -1 | 1 |
| 21 | -1 | -1 | 1 | -1 | 1 |
| 22 | 1 | -1 | 1 | -1 | 1 |
| 23 | -1 | 1 | 1 | -1 | 1 |
| 24 | 1 | 1 | 1 | -1 | 1 |
| 25 | -1 | -1 | -1 | 1 | 1 |
| 26 | 1 | -1 | -1 | 1 | 1 |
| 27 | -1 | 1 | -1 | 1 | 1 |
| 28 | 1 | 1 | -1 | 1 | 1 |
| 29 | -1 | -1 | 1 | 1 | 1 |
| 30 | 1 | -1 | 1 | 1 | 1 |
| 31 | -1 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| 32 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| 33 | -2,378 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 34 | 2,378 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 35 | 0 | -2,378 | 0 | 0 | 0 |
| 36 | 0 | 2,378 | 0 | 0 | 0 |
| 37 | 0 | 0 | -2,378 | 0 | 0 |
| 38 | 0 | 0 | 2,378 | 0 | 0 |
| 39 | 0 | 0 | 0 | -2,378 | 0 |
| 40 | 0 | 0 | 0 | 2,378 | 0 |
| 41 | 0 | 0 | 0 | 0 | -2,378 |
| 42 | 0 | 0 | 0 | 0 | 2,378 |
| 43 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 44 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 45 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |

TABLEAU 3.2 Les valeurs réelles des facteurs du plan expérimental.

| No. | Temps (min.) | Température (°C) | Rapport solution/ papier | Charge de Na ₂ SO ₃ (%) | Charge de Na ₂ SiO ₃ (%) |
|-----|-----------------|---------------------|--------------------------------|---|--|
| 1 | 2,24 | 164,5 | 1,869 | 5,79 | 1,45 |
| 2 | 4,76 | 164,5 | 1,869 | 5,79 | 1,45 |
| 3 | 2,24 | 185,5 | 1,869 | 5,79 | 1,45 |
| 4 | 4,76 | 185,5 | 1,869 | 5,79 | 1,45 |
| 5 | 2,24 | 164,5 | 3,131 | 5,79 | 1,45 |
| 6 | 4,76 | 164,5 | 3,131 | 5,79 | 1,45 |
| 7 | 2,24 | 185,5 | 3,131 | 5,79 | 1,45 |
| 8 | 4,76 | 185,5 | 3,131 | 5,79 | 1,45 |
| 9 | 2,24 | 164,5 | 1,869 | 14,21 | 1,45 |
| 10 | 4,76 | 164,5 | 1,869 | 14,21 | 1,45 |
| 11 | 2,24 | 185,5 | 1,869 | 14,21 | 1,45 |
| 12 | 4,76 | 185,5 | 1,869 | 14,21 | 1,45 |
| 13 | 2,24 | 164,5 | 3,131 | 14,21 | 1,45 |
| 14 | 4,76 | 164,5 | 3,131 | 14,21 | 1,45 |
| 15 | 2,24 | 185,5 | 3,131 | 14,21 | 1,45 |
| 16 | 4,76 | 185,5 | 3,131 | 14,21 | 1,45 |
| 17 | 2,24 | 164,5 | 1,869 | 5,79 | 3,55 |
| 18 | 4,76 | 164,5 | 1,869 | 5,79 | 3,55 |
| 19 | 2,24 | 185,5 | 1,869 | 5,79 | 3,55 |
| 20 | 4,76 | 185,5 | 1,869 | 5,79 | 3,55 |
| 21 | 2,24 | 164,5 | 3,131 | 5,79 | 3,55 |
| 22 | 4,76 | 164,5 | 3,131 | 5,79 | 3,55 |
| 23 | 2,24 | 185,5 | 3,131 | 5,79 | 3,55 |
| 24 | 4,76 | 185,5 | 3,131 | 5,79 | 3,55 |
| 25 | 2,24 | 164,5 | 1,869 | 14,21 | 3,55 |
| 26 | 4,76 | 164,5 | 1,869 | 14,21 | 3,55 |
| 27 | 2,24 | 185,5 | 1,869 | 14,21 | 3,55 |
| 28 | 4,76 | 185,5 | 1,869 | 14,21 | 3,55 |
| 29 | 2,24 | 164,5 | 3,131 | 14,21 | 3,55 |
| 30 | 4,76 | 164,5 | 3,131 | 14,21 | 3,55 |
| 31 | 2,24 | 185,5 | 3,131 | 14,21 | 3,55 |
| 32 | 4,76 | 185,5 | 3,131 | 14,21 | 3,55 |
| 33 | 0,5 | 175 | 2,5 | 10 | 2,5 |
| 34 | 6,5 | 175 | 2,5 | 10 | 2,5 |
| 35 | 3,5 | 150 | 2,5 | 10 | 2,5 |
| 36 | 3,5 | 200 | 2,5 | 10 | 2,5 |
| 37 | 3,5 | 175 | 1 | 10 | 2,5 |
| 38 | 3,5 | 175 | 4 | 10 | 2,5 |
| 39 | 3,5 | 175 | 2,5 | 0 | 2,5 |
| 40 | 3,5 | 175 | 2,5 | 20 | 2,5 |
| 41 | 3,5 | 175 | 2,5 | 10 | 0 |
| 42 | 3,5 | 175 | 2,5 | 10 | 5 |
| 43 | 3,5 | 175 | 2,5 | 10 | 2,5 |
| 44 | 3,5 | 175 | 2,5 | 10 | 2,5 |
| 45 | 3,5 | 175 | 2,5 | 10 | 2,5 |

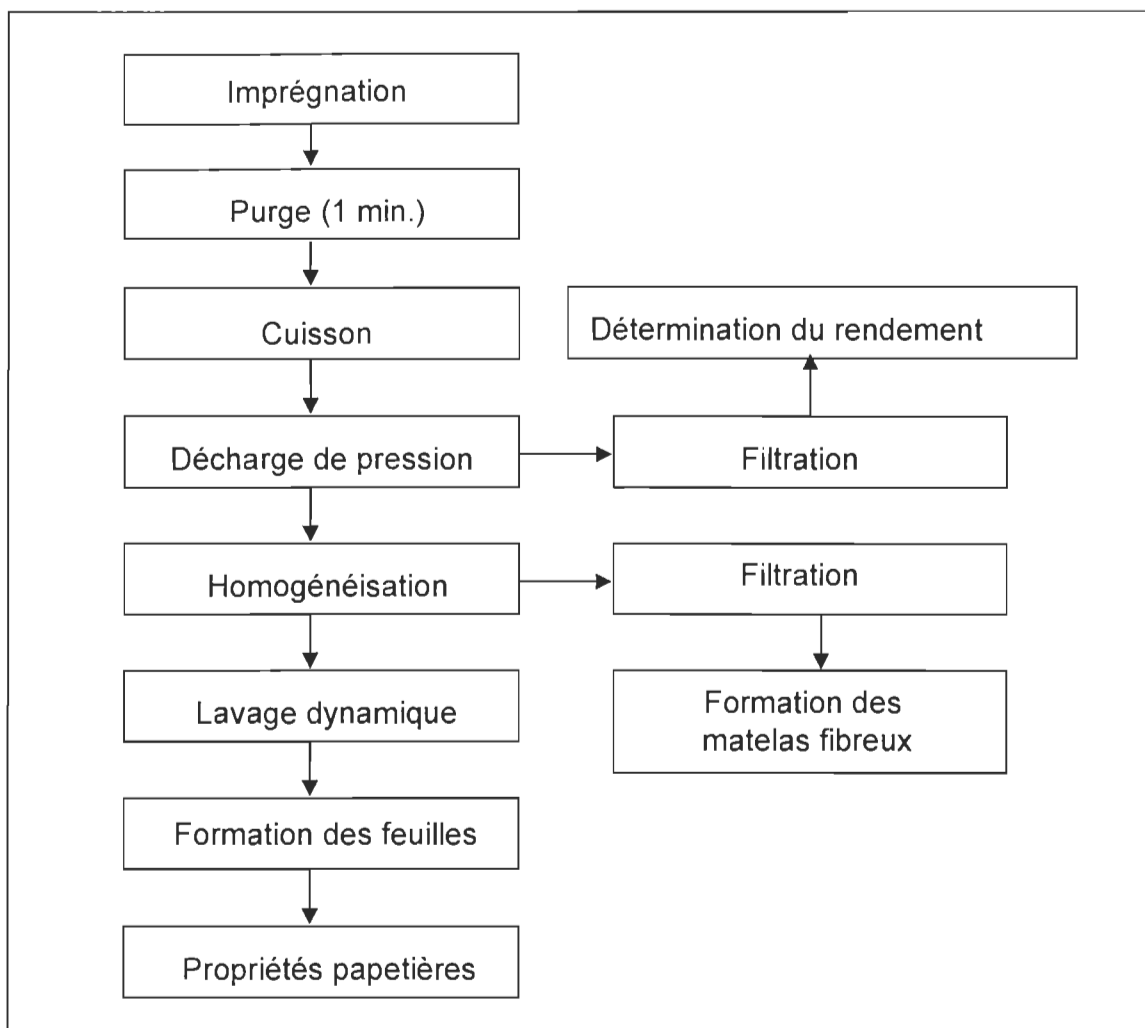


FIGURE 3.3 Schéma du recyclage et désencrage avec produits chimiques.

ajustée à 0,5%. Le tamis de 200 mailles fut sélectionné pour le flacon de drainage dynamique. Ce dernier est illustré dans la figure 3.4. En utilisant le flacon de drainage dynamique (Dynamic Paper Chemistry Jar, Paper Chemistry Laboratory Inc., Carmel, New York, États-Unis), on lava 1 litre de pâte en drainant 750 mL d'eau jusqu'à ce que le volume de la pâte atteigne 250 mL. Pendant les 10 premières secondes, la vitesse du mélangeur fut ajustée à 1500 tours/min., afin de bien disperser la pâte; on diminua ensuite la vitesse à 750

tours/min. et ouvrit la valve de drainage. La distance entre les hélices du mélangeur et le tamis fut ajustée à 3 mm.

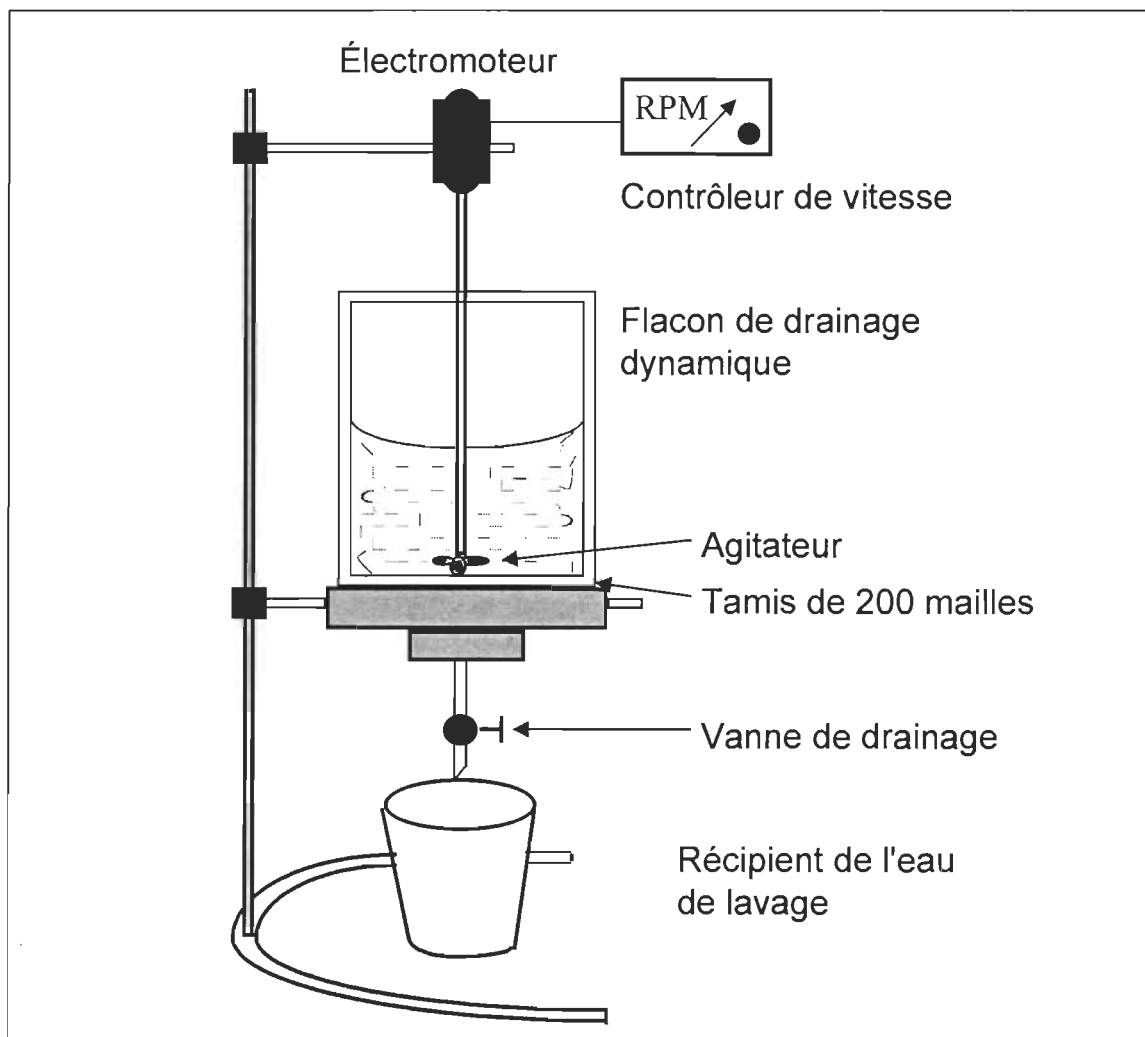


FIGURE 3.4 Schéma du flacon de drainage dynamique.

Le lavage dynamique est préconisé parce que les particules d'encre devraient être petites. La pâte ainsi lavée fut entreposée dans le réfrigérateur à 5 °C, avant la formation des feuilles. Les feuilles furent préparées selon les normes de l'ACPP.

On testa aussi le tamis de 400 mailles, plus approprié pour la protection du rendement. Toutefois, celui-ci fut bouché par les fines pendant le lavage, ce qui aurait pu influencer le lavage suivant. On testa également le lavage d'un échantillon en drainant deux fois 750 mL d'eau, mais la blancheur n'a pas augmenté significativement, tandis que le rendement diminua considérablement.

La perte du lavage fut déterminée en comparant le poids sec du filtrat avec le poids sec de la pâte mise dans le flacon de drainage dynamique. Le filtrat fut filtré en utilisant le papier de filtration #202 et l'entonnoir Büchner. Ensuite, il fut séché à 105 °C, jusqu'à l'obtention d'un poids constant.

3.3.2 Les produits chimiques utilisés pour le plan expérimental.

Le sulfite de sodium technique de 99% (# Catégorie NA-7757) provenait de la compagnie Les produits chimiques OMEGA Inc. (Lévis, Canada).

Le silicate de sodium (# Catégorie AC-8501) fut utilisé comme étant une solution de 41 °Bé. Il provenait de la compagnie Anachemia (Montréal, Canada).

3.3.3 L'évaluation des résultats.

La détermination des conditions optimales pour le recyclage et le désencrage, du point de vue des propriétés papetières (optiques et mécaniques), fut faite à l'aide d'un plan factoriel Box-Wilson [80]. Ce plan nous permet de bien déterminer les effets principaux (la température, le temps,

rapport solution/papier, la charge de sulfite de sodium et la charge de silicate de sodium) de même que les effets linéaires, les effets quadratiques et les effets d'interactions. Le programme statistique "Statgraphic 6.0" nous permet d'analyser les surfaces de réponse ainsi que de faire l'analyse des variances "ANOVA".

Les propriétés papetières sont directement influencées par les caractéristiques physico-chimiques des fibres. Ces caractéristiques pourraient prédire les propriétés mécaniques et optiques du papier recyclé [81,82]. Dans la deuxième étape de l'évaluation des résultats, les corrélations entre les changements physico-chimiques des fibres recyclées et les propriétés papetières furent évaluées par les régressions linéaire et multilinéaire en utilisant le programme statistique "Statview 512+". Le modèle estimé est exprimé par l'équation suivante:

$$y = a + \sum_{i=1}^{14} b_i * x_i \quad [3.1]$$

où a est l'ordonnée à l'origine, b est le coefficient de régression, x est une des caractéristiques des fibres et y est une des propriétés papetières.

Pour justifier les équations de régression, les coefficients des corrélations furent calculés et le nombre des paramètres les plus importants fut déterminé.

3.4 La comparaison entre les recyclages classiques et le recyclage par explosion, pour le papier journal.

La troisième étape concerne la détermination des différences au point de vue de la performance, entre le recyclage dit classique et le recyclage par explosion. Le recyclage classique consiste en la trituration dans un tritrateur hélicoïdal suivie de la flottation. Dans plusieurs cas, la flottation est suivie d'une étape de lavage, car elle ne permet pas d'éliminer les particules d'encre de petite taille. Cependant, aux États-Unis surtout, on réalise encore de nos jours un procédé de recyclage où la trituration est suivie d'un lavage, sans toutefois faire de flottation. Ce procédé, dit recyclage à séquence courte, peut utiliser des produits chimiques pour blanchir le papier dans le tritrateur. La source de ce blanchiment réside dans l'agglomération de certaines particules d'encre, ce qui permet une réduction des fibres recouvertes d'encre [116,117].

Le papier journal du quotidien "Le Nouvelliste" de l'imprimerie Offset de Trois-Rivières vieux de 50 jours et de siccité de 92,7% fut utilisé dans la présente étude. La composition du papier journal comportait 80% de pâte thermomécanique et 20% de pâte désencrée. Les mêmes pages de journaux furent employées pour la trituration ainsi que pour le recyclage par explosion, afin de minimiser les variations entre les expériences. La blancheur du papier non-imprimé était de 59% MgO. La longueur de rupture était de 5,7 km en SM et de 1,9 km en ST. L'indice d'éclatement était de 1,7 kPa.m²/g. L'indice de déchirure était de 6,6 mN.m²/g en ST et de 4,1 mN.m²/g en SM.

3.4.1 Le recyclage par la trituration et le désencrage par la flottation.

Le procédé fut réalisé en deux étapes; d'abord la trituration dans un tritrateur hélicoïdal, puis l'élimination des particules dans une cellule de flottation.

Le tritrateur était constitué d'une cuve en acier inoxydable, d'un rotor central sous forme de vis permettant l'agitation et le déchiquetage du papier et d'une vanne située dans la partie inférieure du réservoir. Les paramètres de trituration étaient les suivants: un temps de 20 minutes, une température de 48 °C, un pH de 9,8 (9,4 après 20 minutes) et une consistance de 7,5%. La vitesse du mélangeur hélicoïdal fut ajustée à la 900 tour/min. La liqueur de trituration était composée d'hydroxyde de sodium de 1%, de silicate de sodium de 1%, de DTPA de 0,1%, d'oleate de sodium de 0,8% et de peroxyde d'hydrogène de 1%. Ces pourcentages sont exprimés par rapport à la base sèche du papier.

La seconde phase était la flottation. L'élimination de l'encre fut réalisée à l'aide d'une cellule de flottation de laboratoire de modèle Leeds. La cellule en plexiglas, d'une capacité de 7 litres, est constituée d'un agitateur et d'un injecteur d'air. Un raclage enlève la mousse de la surface de suspension. Les paramètres de flottation pour l'expérience FLOT 1 étaient un temps de 7 minutes, une température de 50 °C, un pH de 8,5 et une consistance de 1%. Le débit d'air fut ajusté à 3,6 L/min. et la concentration de calcium, ajouté comme chlorure de calcium dihydraté, était de 200 ppm. La vitesse de rotation de l'agitateur fut ajustée à 1200 tours/min. La seule différence entre FLOT 1 et FLOT 2 est que le pH dans la flottation de FLOT 2 fut ajusté à 9,6 avec l'hydroxyde de sodium. La mousse raclée fut filtrée, séchée à 105 °C et pesée

afin de déterminer la perte de la flottation. Après la flottation, les deux pâtes furent neutralisées à un pH 6 avec de l'acide chlorhydrique et entreposées dans la chambre froide à 5 °C. Une partie de la pâte FLOT 2 (expérience F2-L) fut lavée dans le flacon de drainage dynamique, en suivant la même procédure que celle de la partie 3.3.1.

La perte de la flottation fut déterminée en comparant le poids sec de la mousse issue de la flottation avec le poids sec de la pâte mise dans la cellule de flottation. La mousse fut filtrée en utilisant le papier de filtration #202 et l'entonnoir Büchner. Ensuite, elle fut séchée à 105 °C, jusqu'à l'obtention d'un poids constant.

Les feuilles de papier standards furent préparées selon les normes de l'ACPP. Les analyses des propriétés mécaniques et optiques furent effectuées en accord avec les normes de l'ACPP.

3.4.2 Le recyclage par explosion et le désencrage par le lavage.

Le procédé d'explosion fut réalisé en deux étapes; la mise en pâte par explosion, puis l'élimination des particules d'encre par le lavage dans le flacon de drainage dynamique.

Le traitement du recyclage par explosion fut identique à celui des parties 3.2.2 et 3.3.1. Les paramètres de traitement à haute température pour l'expérience PE 190 étaient les suivants: un temps de 1 minute, une température de 190 °C et un rapport eau/papier de 2,5. Les paramètres de traitement pour PE 175 étaient les suivants: un temps de 3,5 minutes, une

température de 175 °C, un rapport solution/papier de 2,5 et une charge de sulfite de sodium de 10%. Après l'explosion, la pâte fut récupérée et homogénéisée pendant 45 secondes dans le mélangeur de laboratoire.

La procédure de lavage et la détermination de la perte du lavage étaient identiques à celles décrites dans la partie 3.3.1. La température de la suspension fibreuse dans le flacon de drainage dynamique varia entre 22 °C et 25 °C. La pâte ainsi lavée fut entreposée dans le réfrigérateur à 5 °C, avant la formation des feuilles. Les feuilles furent préparées selon les normes de l'ACPP.

3.4.3 Le recyclage par la trituration et le désencrage par le lavage.

Le recyclage par la trituration, correspondant aux expériences LAV 1 et LAV 2, fut réalisé en deux étapes; d'abord la trituration dans un mélangeur, puis l'élimination des particules d'encre par le lavage dans le flacon de drainage dynamique. Ces deux expériences représentent un recyclage à séquence courte encore utilisé dans l'industrie papetière [116,117].

Même si la trituration à basse concentration (de 3 à 6%) est de moins en moins utilisée, le triturateur, qui est doté d'un rotor plat dans sa partie inférieure, est, quant à lui, encore bien présent dans l'industrie [119]. Le mélangeur de laboratoire peut bien simuler le travail d'un gros triturateur industriel.

La trituration du papier journal fut effectuée dans le mélangeur Osterizer B-8614, à une vitesse de 8. Les hélices du mélangeur furent émoussées afin

d'éviter le coupage des fibres lors de la trituration. Les paramètres de trituration étaient les suivants: un temps de 20 minutes, une température de 40 °C et une consistance de 4% en utilisant de l'eau déminéralisée. L'échantillon LAV 1 fut trituré sans produit chimique et l'échantillon LAV 2 fut trituré avec 1% d'alkylalcool de polyoxyéthylène qui est un agent tensioactif. Le pourcentage est exprimé par rapport à la base sèche du papier.

La procédure de lavage et la détermination de la perte du lavage étaient identiques à celles décrites dans la partie 3.3.1. La pâte ainsi lavée fut entreposée dans le réfrigérateur à 5 °C, avant la formation des feuilles. Les feuilles furent préparées selon les normes de l'ACPP.

3.4.4 Les produits chimiques utilisés pour la comparaison entre les recyclages classiques et le recyclage par explosion.

Le sulfite de sodium technique de 99% (# Catégorie NA-7757) provenait de la compagnie Les produits chimiques OMEGA Inc. (Lévis, Canada).

Le silicate de sodium (# Catégorie AC-8501) fut utilisé comme étant une solution de 41 °Bé. Il provenait de la compagnie Anachemia (Montréal, Canada).

L'hydroxyde de sodium technique de 98% (# Catégorie AS-848) provenait de la compagnie Les produits chimiques OMEGA Inc. (Lévis, Canada).

Le peroxyde d'hydrogène technique de 35% (# Catégorie AC4990T) provenait de la compagnie Anachemia (Montréal, Canada).

Le diéthylènetriaminepentaacétate de sodium (DTPA) provenait de la compagnie Aldrich Chemical Company (Milwaukee, WI, États-Unis).

L'oléate de sodium (CAS 143-19-1) provenait de la compagnie EM SCIENCE (Cherrie Hill, NJ, États-Unis)

Le chlorure de calcium dihydraté de 98% (# Catégorie C7-8441) provenait de la compagnie Les produits chimiques OMEGA Inc. (Lévis, Canada).

L'alkylalcool de polyoxyéthylène de HLB 12.1 (PL 1746 5/90) provenait de la compagnie ICI Specialty Chemicals (Wilmington, DE, États-Unis).

CHAPITRE IV

MÉTHODES D'ANALYSES

4.1 La détermination du rendement après la cuisson et du pH.

Pour la détermination du rendement, on fit un traitement séparé de 40 g de papier journal pour chaque expérience. La pâte recyclée fut entièrement récupérée du réservoir de décharge et homogénéisée dans le mélangeur de laboratoire. La pâte fut filtrée en utilisant le papier de filtration #202 et l'entonnoir Büchner. Ensuite, elle fut séchée à 105 °C, jusqu'à l'obtention d'un poids constant. À la fin, on compara le poids sec après la cuisson avec le poids sec initial du papier.

Le pH de la solution d'imprégnation avant la cuisson et celui de la liqueur prélevée après la cuisson furent mesurés par un pH-mètre de marque Barnant 30 (Barrington, Illinois, États-Unis).

4.2 La formation des matelas fibreux.

Les matelas fibreux furent formés en utilisant l'entonnoir Büchner et le papier de filtration d'un diamètre de 10 cm #202. L'échantillon de 3 grammes de pâte fut prélevé avant le lavage et filtré en utilisant la pompe à vide. Les matelas ainsi formés furent séchés dans une chambre à air climatisé. La blancheur fut mesurée après 24 heures sur les deux cotés du matelas et la moyenne fut calculée.

4.3 La formation des feuilles standards et les analyses des propriétés mécaniques et optiques.

La préparation des feuilles fut réalisée selon les normes de l'ACPP. Les propriétés mécaniques et optiques furent mesurées en accord avec les normes de l'ACPP ou du TAPPI. Les analyses présentées dans ce travail sont les suivantes:

- la longueur de rupture (ACPP D.6H)
- l'indice d'éclatement (ACPP D.8)
- l'indice de déchirure (ACPP D.9)
- la résistance des fibres "L.R. 0" (T231 cm-85)
- la résistance en direction Z (T541 om-89))
- le test de liaison Scott [ACPP D.37 P]
- la blancheur ISO (ACPP E.1)
- l'opacité ISO (ACPP E.2)
- le coefficient de diffusion de la lumière [83]
- les coefficients trichromatiques L^* , a^* , b^* (ACPP E.5)

De plus, pour caractériser les différents aspects, on mesura les propriétés physiques du papier et des pâtes. Les caractéristiques du papier et des pâtes, mesurées selon les normes d'ACPP ou du TAPPI, sont les suivantes:

- l'indice d'égouttage (ACPP C.1)
- le temps de drainage (T 221 om-93)
- la densité (ACPP D.4)
- le grammage (ACPP D.3)
- l'épaisseur du papier (ACPP D.4)

-la porosité Parker Print-Surf

La porosité du papier représente le volume d'air qui passe dans un échantillon de papier par minute. La porosité fut mesurée à l'aide d'un porosimètre Parker Print-Surf de la compagnie H.M. Messmer Ltd., Londres, Angleterre.

4.3.1 Les analyses des propriétés mécaniques.

La résistance à la traction fut déterminée en tirant un échantillon rectangulaire de dimension donnée jusqu'à sa rupture à l'aide d'un appareillage d'essais de traction Instron. La résistance à la traction fut exprimée en longueur de rupture selon l'équation suivante:

$$LR = \frac{1}{9,81 \text{ (m/s}^2\text{)}} * \frac{\text{résistance à la traction (N)}}{\text{grammage du papier (g/m}^2\text{)}} * \frac{10^6}{15} \quad [4.1]$$

La résistance à l'éclatement correspond à la pression hydrostatique nécessaire pour rompre la surface circulaire d'un échantillon et elle fut mesurée sur l'appareil Mullen. L'indice d'éclatement est calculé selon l'équation suivante:

$$\text{Indice d'éclatement} = \frac{\text{résistance à l'éclatement (kPa)}}{\text{grammage du papier (g/m}^2\text{)}} \quad [4.2]$$

La résistance au déchirement fut mesurée sur l'appareil Elmendorf. Un échantillon constitué de feuilles de papier superposées et préalablement taillées

est déchiré, sur une longueur donnée, par un pendule qui se déplace sur un plan perpendiculaire au plan initial de l'échantillon. L'indice de déchirure est calculé selon l'équation suivante:

$$\text{Indice de déchirure} = \frac{\text{résistance au déchirement (mN)}}{\text{grammage du papier (g/m}^2\text{)}} \quad [4.3]$$

La résistance en direction Z fut déterminée par l'appareil Instron en utilisant le test No. 66 et les cubes de 1 pouce². Le papier fut collé sur les cubes avec le ruban adhésif des deux côtés de marque 3M, dans la presse, où la pression fut ajustée à 50 lb/po²; le temps de pressage fut de 1 minute. Chaque mesure d'un échantillon fut répétée huit fois et la moyenne ainsi que l'écart-type furent déterminés. La résistance en direction Z est exprimée en kPa.

Le test de liaison Scott fut mesuré selon la norme standard de l'ACPP D.37 P, avec un appareil connu sous le nom de "Scott Bond Tester". L'échantillon fut collé des deux côtés avec le ruban adhésif des deux côtés de marque 3M. Dans la presse, la pression nécessaire pour coller les échantillons fut ajustée à 109 kg et le temps fut de 10 secondes. Durant le test, la feuille de papier est délaminiée, et le travail nécessaire pour réaliser cette délamination est exprimé en joules par m². Chaque échantillon fut mesuré dix fois et la moyenne fut calculée.

La résistance des fibres fut mesurée à l'aide d'un appareil Pulmac, selon la procédure inscrite sur l'appareil. L'échantillon d'une largeur de 15 mm et d'un grammage connu est déchiré par les mâchoires jointes. La pression des mâchoires pour tenir l'échantillon du papier fut optimisée à 70 lb/po². La force

nécessaire pour déchirer l'échantillon, exprimée en pression, fut enregistrée. Chaque échantillon fut mesuré dix fois et la moyenne fut déterminée. La longueur de rupture à mâchoires jointes (L.R.0), exprimée en km, fut calculée selon les équations suivantes:

$$R.F.0 = 0,372 * \left(\text{résistance des fibres (lb/po}^2\text{)} - 2 \right) \quad [4.4]$$

$$L.R.0 = \frac{1000 * R.F.0 \text{ (kg/15mm)}}{15 * \text{grammage du papier (g/m}^2\text{)}} \quad [4.5]$$

4.3.2 Les analyses des propriétés optiques.

La blancheur ISO des feuilles de 1,2 g et 3 g fut mesurée à 457 nm, sur les deux côtés, à l'aide d'un réflectomètre Technibrite Micro TB-1C (Technibrite Corp. New-Albany, Indiana, États-Unis) [84], ainsi que l'opacité [85], le coefficient de diffusion de la lumière [86] et les coefficients de la couleur L^* , a^* , b^* [87]).

La figure 6.1 illustre l'espace défini par les coordonnées de couleur L^* , a^* , b^* . L'axe vertical L^* représente la luminosité, qui varie du noir au blanc. L'axe horizontal a^* représente le déplacement du vert au rouge. L'axe horizontal b^* représente le déplacement du bleu au jaune. Le blanc parfait se situe à $a^* = 0$, $b^* = 0$ et $L^* = 100$.

Les valeurs L^* , a^* , b^* sont calculées à partir des stimulus X, Y, Z qui sont mesurés en utilisant les différents filtres optiques dans le colorimètre Technibrite Micro TB-1C. La luminosité a une corrélation très étroite avec la

blancheur, ce qui diminue la nécessité d'interprétation additionnelle. Le coefficient a^* varie habituellement de très peu. Par contre, le paramètre b^* est très important dans la caractérisation optique, car il donne une mesure directe du jaunissement de la pâte.

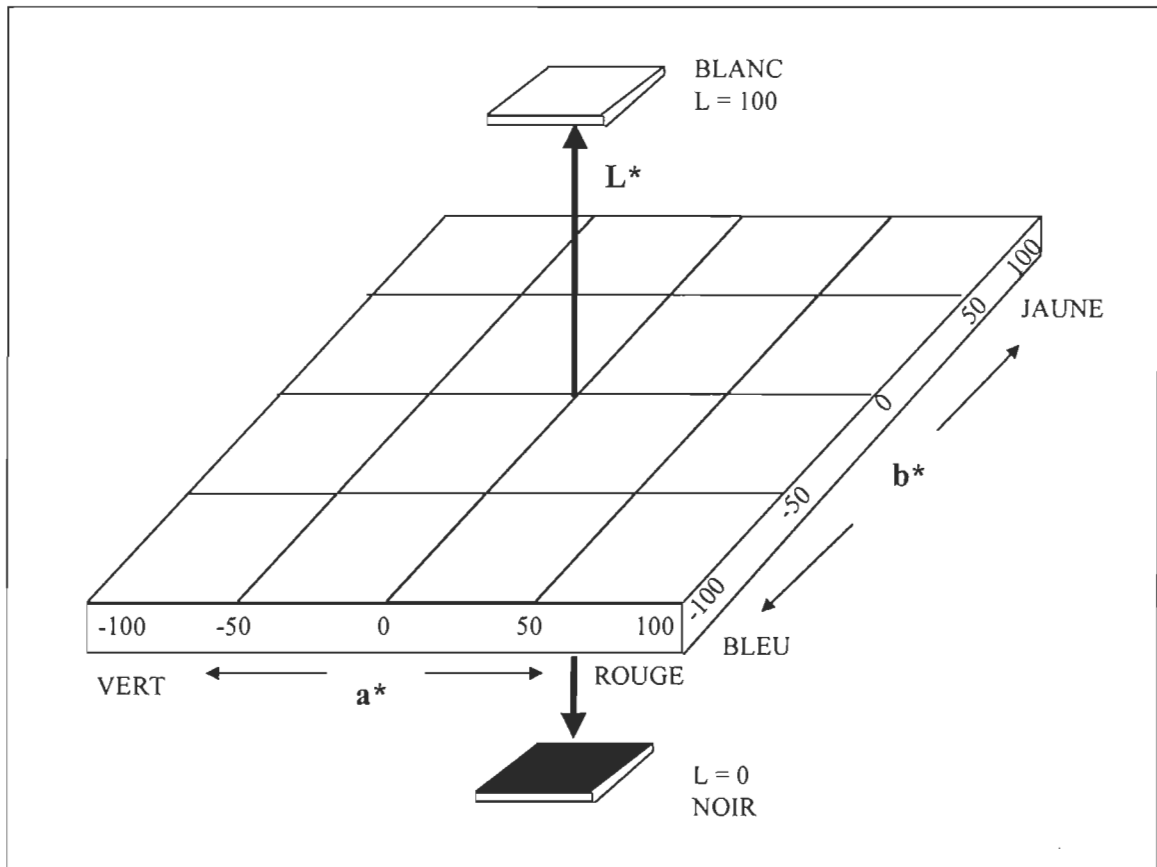


FIGURE 4.1 Le système CIE L^* , a^* , b^* pour la mesure de la couleur.

4.4 La classification des fibres selon Bauer-McNett.

La méthode de Bauer-McNett nous permet de mesurer la longueur des fibres et également de faire le classement des fibres selon leur longueur. Les fractions des fibres M48 et M100 furent utilisées pour la mesure du facteur S et de l'indice de rétention de l'eau.

Un classeur Bauer-McNett équipé d'un jeu de cinq tamis fut utilisé pour la classification des fibres selon leur longueur. Les ouvertures des tamis de 14, 28, 48, 100 et 200 mailles sont respectivement les suivantes: 1,2; 0,6; 0,3; 0,150; 0,075 mm. La classification correspond à un fractionnement des fibres en six catégories, soit respectivement M14, M28, M48, M100, M200 et P200. La fraction M14 représente les fibres retenues par le tamis de 14 mailles. La fraction M28 représente les fibres qui passent par les ouvertures du tamis de 14 mailles, mais qui sont retenues par le tamis de 28 mailles. Il en est de même pour les fractions suivantes, jusqu'à P200 qui correspond à la fraction ayant traversé le tamis de 200 mailles. À la fin du classement, chaque fraction est récupérée et séchée dans le four à 105 °C, jusqu'à l'obtention d'un poids sec absolu. Les fractions sont exprimées en pourcentage. La classification des fibres par la méthode de Bauer-McNett est la méthode de l'ACPP C.5 U. La longueur des fibres fut calculée selon l'équation de Tasman [88]:

$$L = (l_{M14} w_{M14} + l_{M28} w_{M28} + \dots l_{P200} w_{P200}) / (w_{M14} + w_{M28} + \dots w_{P200}) \quad [4.6]$$

où l représente la longueur moyenne des fibres retenue sur le tamis et w représente le poids de la pâte retenue sur le tamis. Les longueurs des fibres publiées par Tasman [88] et utilisées dans l'équation sont les suivantes:

$$l_{M14} = 3,1 \text{ mm}$$

$$l_{M28} = 2,0 \text{ mm}$$

$$l_{M48} = 1,3 \text{ mm}$$

$$l_{M100} = 0,7 \text{ mm}$$

$$l_{M200} = 0,3 \text{ mm}$$

$$l_{P200} = 0,2 \text{ mm}$$

Le facteur L représente la somme en pourcentage des fibres retenues sur les tamis de mailles 14, 28 et 48.

Le facteur S représente le développement de la surface des fibres. Il fut déterminé en mesurant l'indice d'égouttage des fibres retenues sur le tamis de 100 mailles de la classification de Bauer-McNett.

4.5 La classification des fibres par Kajaani.

La méthode optique de Kajaani permet de mesurer la longueur des fibres. Cette méthode est rapide et requiert très peu de fibres (3000), tandis que la méthode Bauer-McNett nécessite 10 grammes des fibres pour une mesure. Le principe de la méthode Kajaani est basé sur la biréfringence des fibres qui passent par un capillaire et coupent le faisceau lumineux. Les arrêts de ce signal lumineux sont comptabilisés et évalués en concordance avec la vitesse de la suspension fibreuse qui passe par le capillaire.

Les pâtes diluées (0,001%) furent analysées par l'analyseur de la longueur des fibres Kajaani FS-100. Chaque échantillon fut mesuré deux fois et la moyenne fut calculée. La longueur des fibres (L_w) en poids est calculée selon l'équation suivante:

$$L_w = \sum l_i \cdot w_i / \sum w_i \quad [4.7]$$

où l_i = longueur moyenne des fibres dans la fraction i
 w_i = poids des fibres dans la fraction i

Dans la classification par Kajaani, D1 représente les 10% des fibres qui ont une longueur inférieure à la dimension de D1, Q1 représente les 25% des fibres qui ont une longueur inférieure à la dimension de Q1, Q2 représente les 50% des fibres qui ont une longueur inférieure à la dimension de Q2, Q3 représente les 25% des fibres qui ont une longueur supérieure à la dimension de Q3 et D9 représente les 10% des fibres qui ont une longueur supérieure à la dimension de D9. C'est à dire que autant la dimension D9 est plus élevée autant la pâte contient les fibres longues.

4.6 La classification des fibres par OpTest.

La récente accessibilité du nouvel appareil OpTest nous a permis non seulement d'évaluer la longueur des fibres, mais également la quantité des fines, la courbature des fibres et l'indice de cassure. Cette méthode est rapide et requiert très peu de fibres (5000) pour une analyse. Le principe de l'analyse de la qualité des fibres par OpTest est similaire à celui de Kajaani. Cette méthode est basée sur la biréfringence des fibres qui passent par une cellule où la caméra optique prend des images des fibres. La cellule est spécialement conçue pour que les fibres soient hydrodynamiquement orientées et précisément mesurées dans la région où les images sont prises. Les images sont ensuite analysées par l'analyse d'image assistée par ordinateur. Chaque échantillon fut analysé deux fois si l'écart-type de la longueur des fibres ne dépassait pas 5% et, dans le cas contraire, il était analysé trois fois. Les caractéristiques présentées dans ce travail sont la longueur des fibres, le nombre de fines, l'indice de courbature et l'indice de cassure.

La longueur des fibres en poids représente la longueur moyenne de toutes les fibres détectées par l'analyseur optique. La longueur des fibres est effectivement la longueur du contour et elle est calculée selon l'équation suivante:

$$L_w = \frac{\sum n_i L_i^2}{\sum n_i L_i} \quad [4.8]$$

où n représente le nombre de fibres et L représente la longueur du contour.

La quantité de fines, exprimée en pourcentage, représente les fibres plus courtes que la longueur de 0,2 mm. Le pourcentage de fines, qui est en une moyenne pondérée, est calculé selon l'équation suivante:

$$\text{Fines (\%)} = 100 * \frac{\sum n_i L_{mi}}{L_{\text{Total}}} \quad [4.9]$$

où L_{Total} représente la longueur totale des fibres, L_{mi} représente la longueur moyenne d'une classe de fines et n_i représente le nombre des fibres plus courtes que 0,2 mm.

La courbature est le changement graduel et continu du contour d'une fibre. La longueur de projection représente la distance entre le début et la fin d'une fibre. L'indice de courbature (arithmétique) est calculé selon l'équation suivante:

$$\text{Indice de courbature} = \frac{\text{longueur de contour}}{\text{longueur de projection}} - 1 \quad [4.10]$$

L'indice de cassure représente les changements brusques du contour des fibres. L'indice de cassure en poids est une somme de N_x , où x représente les intervalles des différents angles. L'analyse ne prend pas en compte un intervalle de 0 à 20 degrés. Le L_{Total} représente la longueur totale des fibres. L'indice de cassure est calculé selon l'équation suivante:

$$\text{Indice de cassure} = \frac{2N_{(21^\circ - 45^\circ)} + 3N_{(46^\circ - 90^\circ)} + 4N_{(91^\circ - 180^\circ)}}{L_{\text{Total}}} \quad [4.11]$$

4.7 L'indice de rétention de l'eau (WRV).

La méthode utilisée pour la mesure de l'indice de rétention de l'eau (WRV) est une modification des méthodes de type centrifuge proposées par Thode *et al.* [89] et Lebel *et al.* [90]. Une quantité d'environ 1 g de pâte fut trempée dans 100 mL d'eau pendant 6 heures. Après le trempage, l'échantillon fut transvasé en totalité dans un godet en cuivre dont le fond était constitué d'un tamis en acier inoxydable de 100 mailles. Ce godet fut fermé par une pellicule de plastique afin d'empêcher l'échantillon de sécher. Ensuite, avant d'être centrifugés, les godets furent disposés dans des fourreaux protecteurs, lesquels ont également servi à la récupération de l'eau. Une centrifugeuse IEC UV, Damon/IEC Division, fut utilisée. La pâte fut centrifugée à une vitesse de 2200 rpm pendant 2 minutes. L'eau récupérée dans les fourreaux protecteurs fut enlevée sans qu'il n'y eut de contact avec la pâte. La centrifugation fut ensuite

poursuivie pendant une autre période de 10 minutes. Le résidu de pâte fut immédiatement pesé puis séché dans le four à 105 °C jusqu'à l'obtention d'un poids constant. Le WRV fut calculé selon la formule suivante:

$$\text{WRV} = [(A - B)/B] \cdot 100 \quad [4.12]$$

où A = poids de la pâte humide centrifugée (g)

B = poids de la pâte séchée dans le four (g)

Le WRV* fut mesuré en utilisant la pâte retenue sur le tamis de 48 mailles lors de la classification des fibres par Bauer-McNett.

4.8 Le contenu ionique.

Le contenu sulfonique, le contenu carboxylique et le contenu ionique total furent déterminés par titrage conductométrique [91]. La formation des groupes sulfoniques et carboxyliques est un facteur très important pour les propriétés papetières et pour les liaisons entre les fibres après le recyclage ou après le recyclage et le désencrage [82, 92-95].

Environ 3 g de pâte humide (seulement 2 g pour la pâte kraft et la PTM) furent mélangés pendant 45 minutes avec une solution d'acide chlorhydrique 0,1 N. Le lavage par l'acide avait pour but de remplacer les cations dans la pâte (Na^+ ou Mg^{++}) par de l'hydrogène. Après plusieurs lavages à l'eau déminéralisée, la pâte fut de nouveau mélangée pendant 45 minutes avec l'acide chlorhydrique. Cette opération fut suivie de plusieurs lavages à l'eau déminéralisée, jusqu'à l'obtention d'une conductivité constante. La pâte fut

ensuite filtrée et mise en suspension dans une solution composée de chlorure de sodium et d'eau déminéralisée à une concentration de 0,001 N. La présence du sel est importante pour garder une distribution égale des ions mobiles dans les parois des fibres et dans la solution externe [91]. La suspension fut agitée en utilisant un agitateur magnétique. Le barbotage d'azote fut utilisé pour éviter l'oxydation. Avant le titrage, 5 mL d'acide chlorhydrique furent ajoutés dans la pâte. Le titrage fut effectué avec une solution d'hydroxyde de sodium d'une concentration de 0,1 N à l'aide d'une burette automatique contrôlée par un ordinateur. Après le titrage, la pâte fut lavée, puis séchée dans le four à 105 °C et ensuite pesée. Les contenus en ions sulfoniques et carboxyliques de la pâte furent calculés par les extrapolations assistées par ordinateur de la courbe de titrage.

4.9 La spectroscopie infrarouge par la transformée de Fourier (FTIR).

Le principe de la spectroscopie infrarouge par la transformée de Fourier (FTIR) réside dans l'évaluation spectroscopique de l'intérieur de la fibre ou de sa surface. Les spectres furent enregistrés par la méthode de réflectance diffuse à l'infrarouge par la transformée de Fourier à l'aide d'un spectrophotomètre Nicolet 510P. Des feuilles de 3 g préparées avec de l'eau déminéralisée furent utilisées. Les spectres infrarouges furent enregistrés dans un domaine de fréquence de 4000 à 400 cm^{-1} à une résolution de 4 cm^{-1} . Une pastille de bromure de potassium fut utilisée comme référence. Le spectromètre fut équipé d'une source refroidie à l'azote. L'atmosphère de l'azote élimine aussi l'humidité dans la chambre de mesure. Le signal moyen fut obtenu à partir de 40 balayages de l'échantillon, cela afin d'améliorer le rapport signal sur bruit de fond. Les spectres mesurés furent transformés par l'équation Kubelka Munk

et superposés dans les bandes de 1593 et 1504 cm^{-1} , attribuées à la vibration d'élongation du noyau benzénique. Selon Ben [115], ces deux bandes ne montrent pas de variations significatives au cours de la mise en pâte d'explosion sans utilisation de soude caustique dans les solutions d'imprégnation.

La spectroscopie infrarouge par la transformée de Fourier permet aussi d'évaluer les changements de la cristallinité. Sukhov *et al.* [75] développèrent les techniques FTIR et RAMAN pour évaluer les différents matériaux cellulosiques, ainsi que la cellulose I (type natif) et la cellulose II (types mercerisé et hémicellulose). Ces analyses donnent des informations sur le changement de la cristallinité des fibres recyclées. Les spectres de FTIR furent enregistrés en utilisant le spectromètre IFS-113 Bruker et les pastilles de bromure de potassium. Les paramètres de l'holocellulose furent calculés à partir de l'intensité des bandes et des largeurs des bandes. Les bandes impliquées dans les calculs pour les pâtes kraft étaient les bandes 1740 et 1630 cm^{-1} et, pour les pâtes à haut rendement, les bandes 1737, 1660, 1600 et 1505 cm^{-1} .

4.10 La concentration réelle de l'encre résiduelle.

La concentration réelle de l'encre résiduelle (ERIC) des feuilles de 3 g fut déterminée sur le côté du feutre à l'aide d'un réflectomètre Technibrite Micro TB-1C (Technibrite Corp. New-Albany, Indiana, États-Unis) à 950 nm, selon la méthode développée par Jordan et Popson [96]. Cette méthode optique permet d'estimer précisément la concentration d'encre résiduelle à partir de la mesure du coefficient d'absorption de Kubelka-Munk.

Le coefficient d'absorption k du papier journal recyclé peut être exprimé par l'équation suivante:

$$k_{\text{recyclé}} = a.k_{\text{lignine}} + b.k_{\text{colorant}} + c.k_{\text{encre}} \quad [4.13]$$

dans laquelle le blanchiment et le colorant influencent respectivement a et b . Les paramètres a , b et c peuvent être évalués séparément à partir des données du colorimètre et peuvent être utilisés pour modéliser les changements de couleur. Connaissant la force d'absorption de l'encre elle-même, le paramètre c peut être exprimé comme étant une concentration réelle de l'encre résiduelle. La concentration réelle de l'encre résiduelle peut servir à documenter les décisions relatives au processus en matière de contrôle du désencrage, et elle peut être mesurée avec précision au moyen de la réflectance du papier dans l'infrarouge, proche à une longueur d'onde d'environ 1 micron. À une telle longueur d'onde, la lignine et le colorant apportent une contribution négligeable et l'encre domine le spectre.

4.11 L'efficacité du désencrage.

L'efficacité du désencrage représente la capacité d'enlèvement d'encre résiduelle de la suspension fibreuse par le lavage, la flottation ou par la combinaison de deux. L'efficacité du désencrage (EFIC) fut calculée selon la formule suivante:

$$EFIC = [(ERIC_{AV} - ERIC_{AP}) / ERIC_{AV}] \cdot 100 \quad [4.14]$$

où $ERIC_{AV}$ est la concentration réelle de l'encre résiduelle avant le désencrage et $ERIC_{AP}$ est la concentration réelle de l'encre résiduelle après le désencrage.

La valeur $\Delta ERIC$ fut calculée selon la formule suivante:

$$\Delta ERIC = ERIC_{AV} - ERIC_{AP} \quad [4.15]$$

4.12 L'analyse d'image.

Cette analyse permet d'estimer l'élimination de l'encre et l'effet de la grandeur des taches. L'analyse d'image est une analyse optique assistée par ordinateur. La méthode est basée sur l'évaluation des déviations de la couleur sur la surface du papier. La surface de l'échantillon est lue par une caméra optique montée sur le microscope. La couleur de l'image prise est comparée avec la couleur de l'arrière-plan. L'ordinateur, à l'aide du programme statistique, calcule toutes les déviations qui sont plus foncées que la couleur de l'arrière-plan, comme les taches sur la surface.

Le nombre total et la distribution des agrégats d'encre furent mesurés sur du papier de 1,2 g, du côté du feutre, à l'aide d'un analyseur d'image équipé du programme d'acquisition et d'analyse des données Ulimage/24 version 2.1 (Grabtek, France). Quarante images - pour une surface totale de 7,68 mm² - furent prises de chaque feuille pour diminuer la marge d'erreur de cette technique. La caméra à haute résolution qui prenait les images était montée sur le microscope. Le microscope Carl Zeiss (Carl Zeiss Ltd, Allemagne) et la lunette microscopique 10x1.25x furent utilisés avec l'éclairage additionnel de l'Intralux.

CHAPITRE V

RÉSULTATS ET DISCUSSION

5.1 Le recyclage multiple.

Le recyclage à haute température amène un affaiblissement des liaisons entre les fibres et l'encre et, par conséquent, le décrochage de cette dernière de la fibre. L'influence de la haute température, la diminution de la pression et l'impact du papier contre la paroi du réservoir de décharge permettent la dispersion de l'encre en de petites particules. Les conditions du recyclage assisté à la vapeur n'aboutissent pas seulement au désencrage, mais elles influencent également les propriétés mécaniques et optiques des fibres elles-mêmes. Le but de cette partie de la recherche était de déterminer les effets de cinq recyclages assistés à la vapeur et du recyclage lui-même sur les propriétés mécaniques et optiques. Le travail met en lumière l'évaluation du système de recyclage par explosion, en établissant les différences entre les feuilles originales et les feuilles recyclées.

5.1.1 Les propriétés mécaniques des pâtes recyclées.

Les propriétés mécaniques du papier sont des propriétés très importantes dans le domaine de la fabrication du nouveau papier. Les propriétés mécaniques mesurées et leur écart-type sont illustrés dans les tableaux A.1, A.2, A.3, A.4, A.5 et A.6. La pâte vierge y est identifiée par le chiffre 0.

On peut constater, dans la figure 5.1, que la résistance à la traction représentée par la longueur de rupture diminue davantage au premier cycle de recyclage en ce qui concerne les papier kraft; la perte est de 3 km, ce qui équivaut à 45%. Les papiers de la pâte chimicomécanique et de la pâte d'explosion recyclés montrent une meilleure résistance à la dégradation; ils n'affichent qu'une perte de 2 km, ce qui représente 25%. Le papier de la PTM, quant à lui, augmente légèrement sa résistance à la traction de 7%. La résistance à la traction reste relativement identique après le premier cycle de recyclage pour les pâtes kraft, kraft raffinée, PCTM et PTM. Il est à noter que Mentz [42] a également observé que le recyclage par explosion sans produit chimique du papier issu de la pâte de meule affichait une meilleure résistance à la traction que le même papier recyclé par le procédé classique. La résistance à l'éclatement, présentée dans la figure 5.2, montre des résultats similaires à ceux de la longueur de rupture.

Les propriétés papetières des matières issues du procédé de recyclage chutent considérablement après le premier recyclage. Cet effet fut discuté dans plusieurs publications [98-105]. La diminution de la résistance mécanique (traction, éclatement) du papier recyclé est attribuée au séchage du papier et aux changements consécutifs de la structure des fibres. Lors du séchage, la cellulose cristallise et les fibres deviennent plus rigides et perdent leur élasticité. Les forces de liaison qui se développent pendant le séchage du papier sont suffisantes pour unir deux régions cristallines dans une plus grande [102]. Les pores des fibres se ferment et il est impossible de les rouvrir par le raffinage ou à l'aide d'agents de gonflement. Ainsi, la surface des fibres perd la capacité de créer des liaisons d'hydrogène. La résistance mécanique des fibres peut aussi être affectée négativement. Mais cette détérioration est moins importante que la

diminution de la liaison de surface, cela parce que la contribution de la force mécanique des fibres est habituellement inférieure à la contribution de la force de la liaison de surface, en ce qui concerne la résistance mécanique du papier.

La figure 5.3 nous montre la résistance au déchirement. On peut voir qu'elle demeure inchangée pour les PE, PCM, PCTM et PTM. L'indice de déchirure des pâtes fabriquées à partir du bois résineux est supérieur à celui des pâtes issues du bois de feuillus. La résistance au déchirement augmente pour la pâte kraft ainsi que pour la pâte kraft raffinée. La résistance de cette dernière est néanmoins inférieure à celle non-raffinée. Ceci aurait pu être causé par le coupage des fibres lors du raffinage. L'amélioration de la résistance au déchirement fut en effet déjà observée [104,105] pour les différentes pâtes et leur mélange. Il faut noter que l'indice de déchirure peut être influencé par la longueur des fibres et que la perte des fines lors du lavage peut causer une augmentation du pourcentage des fibres longues.

La résistance à la traction en direction Z et la liaison Scott sont deux propriétés mécaniques qui caractérisent le mieux la liaison entre les fibres. En effet, la longueur et l'enchevêtrement des fibres contribuent peu lors de la délamination du papier ainsi que lors de la traction en direction Z. La résistance à la traction en direction Z (voir la figure 5.4) nous montre une grande perte des liaisons des pâtes kraft après le premier recyclage. Les deuxième et troisième cycles font rehausser la résistance en direction Z. L'amélioration de la résistance dans les deuxième et troisième cycles peut être expliquée par l'impact du papier contre la paroi du réservoir de décharge et par le changement de pression, qui agissent de façon semblable à l'effet de changement de pression qui se produit parmi les lames des plaques d'un

raffineur. Ceci peut aboutir à la diminution de la rigidité des fibres et à l'augmentation de la desité. Le papier fabriqué à partir de la pâte d'explosion montre une légère baisse de la liaison des fibres après le premier cycle. La liaison de Scott dans la figure 5.5 nous donne des résultats semblables à ceux de la traction en direction Z, sauf qu'ils ont des écarts-types plus élevés. Le traitement à la vapeur saturée semble avoir un effet bénéfique léger sur la liaison Scott des PCTM et PTM.

La résistance intrinsèque des fibres à la traction est une propriété importante des papiers hautement raffinés, pour lesquels la résistance mécanique des fibres est affaiblie par le raffinage et les liaisons inter-fibres sont très développées. Même si elle contribue moins pour le papier avec bois, la résistance mécanique des fibres pourrait permettre de déceler les effets qui se passent pendant le traitement à haute température. La résistance à la traction des fibres fut mesurée à l'aide de l'instrument Pulmac et convertie en longueur de rupture. La baisse de la résistance des fibres est évidente pour tous les papiers; néanmoins, la baisse pour les papiers sans bois et les papiers fabriqués à partir de la pâte kraft est plus prononcée (voir la figure 5.6). La responsabilité de cette baisse de résistance pourrait être attribuée à l'oxydation et à la réaction de dépolymérisation de la cellulose. Selon Stockman et Teder [106], qui ont étudié l'effet du séchage sur le degré de polymérisation des différentes pâtes, les pâtes kraft blanchies furent très affectées par la dépolymérisation à une température plus élevée que 140 °C. Par contre, les papiers avec bois sont moins sensibles à la dépolymérisation et ceci peut être attribué à la présence de la lignine, laquelle agit comme un agent de protection de la cellulose. L'utilisation d'un agent chimique pour assurer la protection de la cellulose contre la réaction de dépolymérisation se voudrait donc souhaitable.

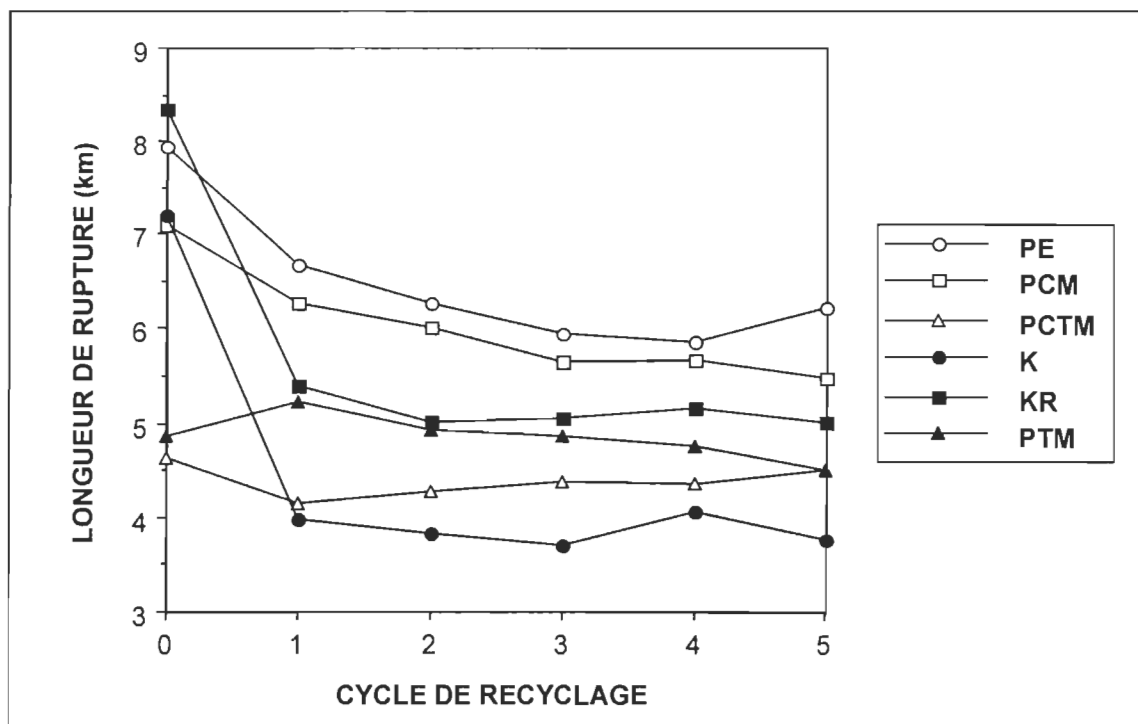


FIGURE 5.1 L'effet du recyclage multiple sur la résistance du papier à la traction.

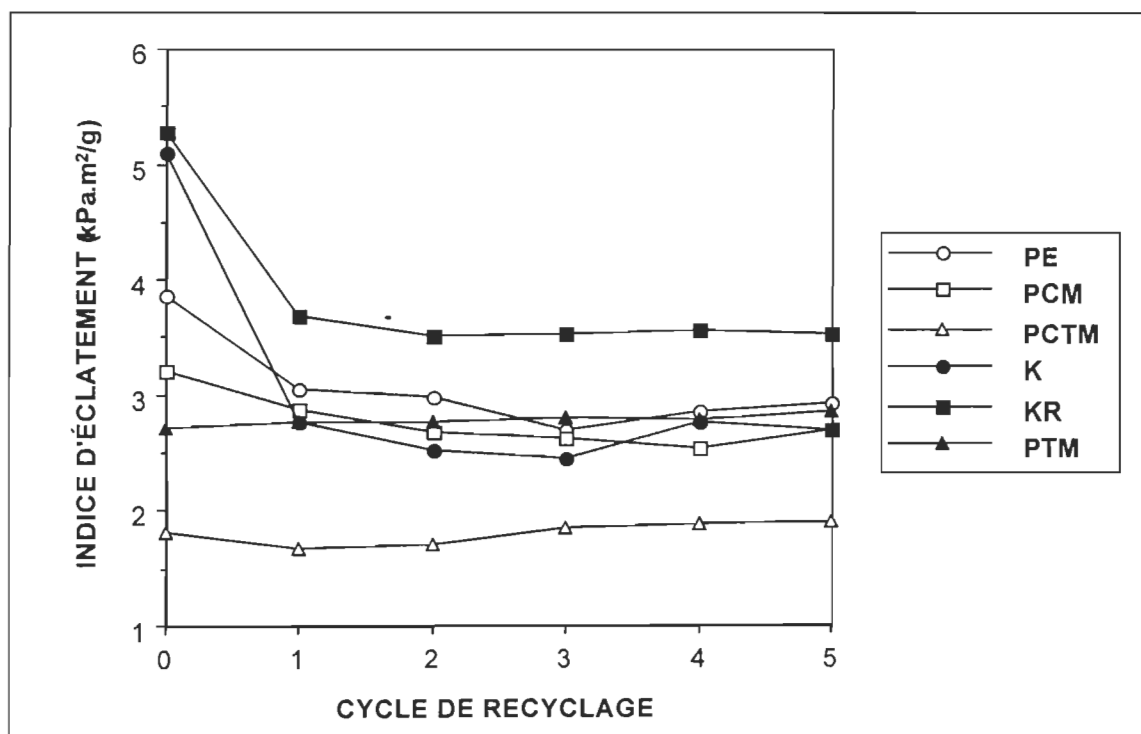


FIGURE 5.2 L'effet du recyclage multiple sur la résistance du papier à l'éclatement.

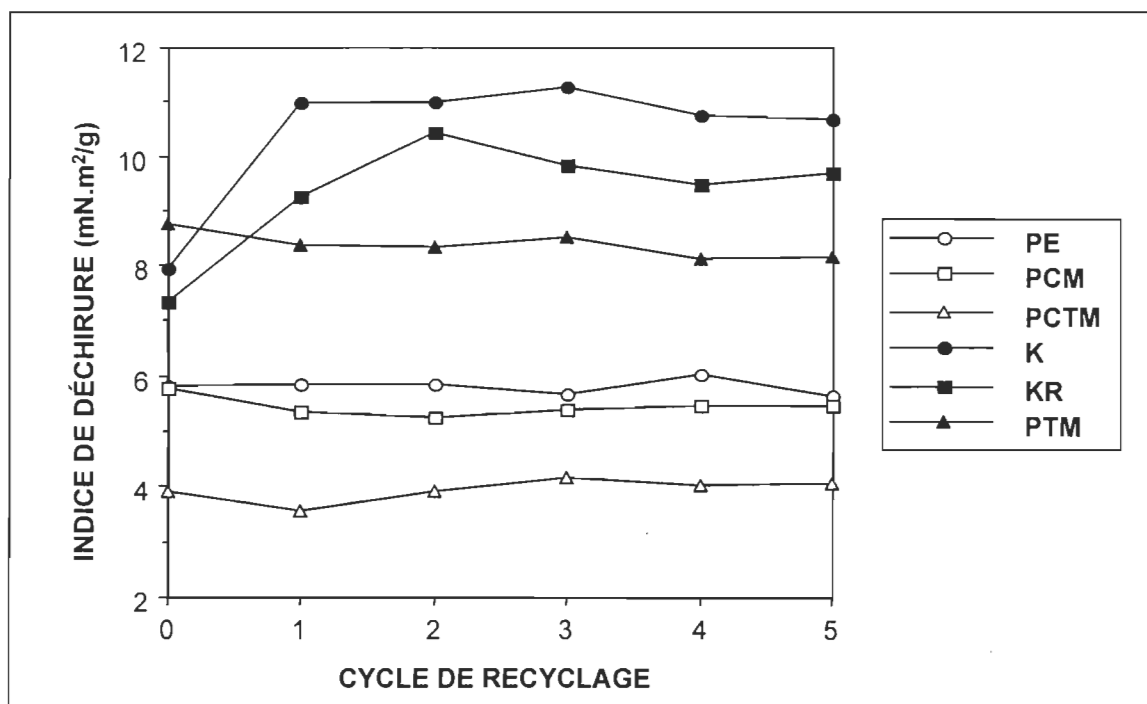


FIGURE 5.3 L'effet du recyclage multiple sur la résistance du papier au déchirement.

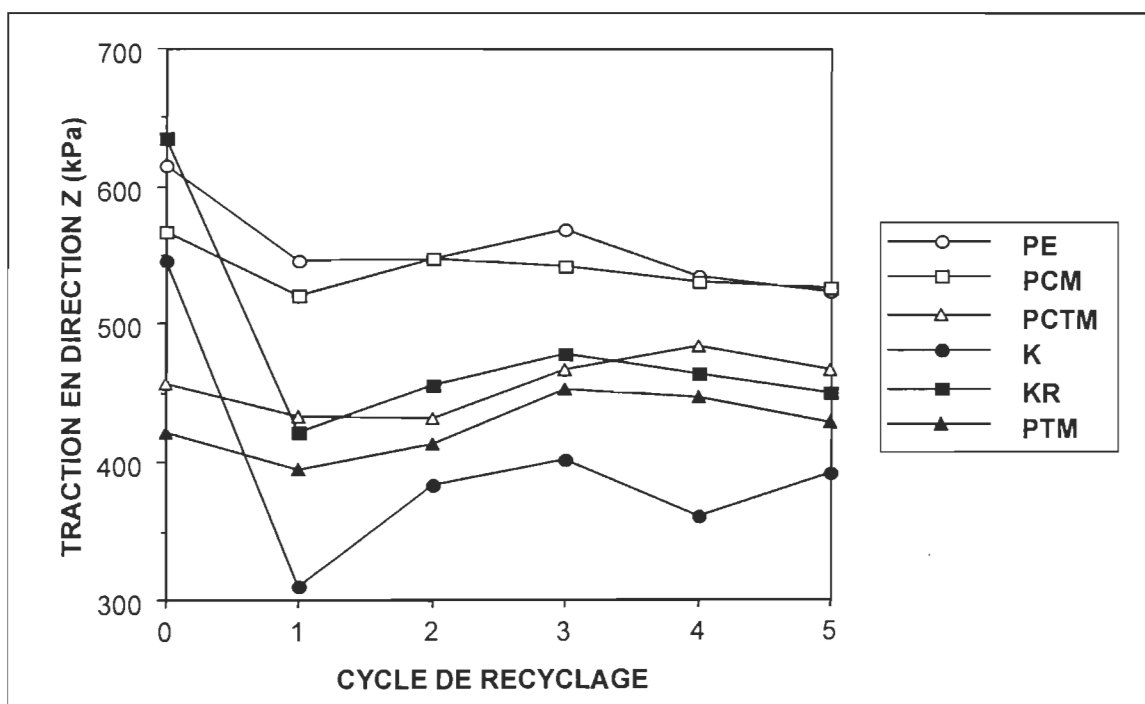


FIGURE 5.4 L'effet du recyclage multiple sur la résistance interne du papier à la traction en direction Z.

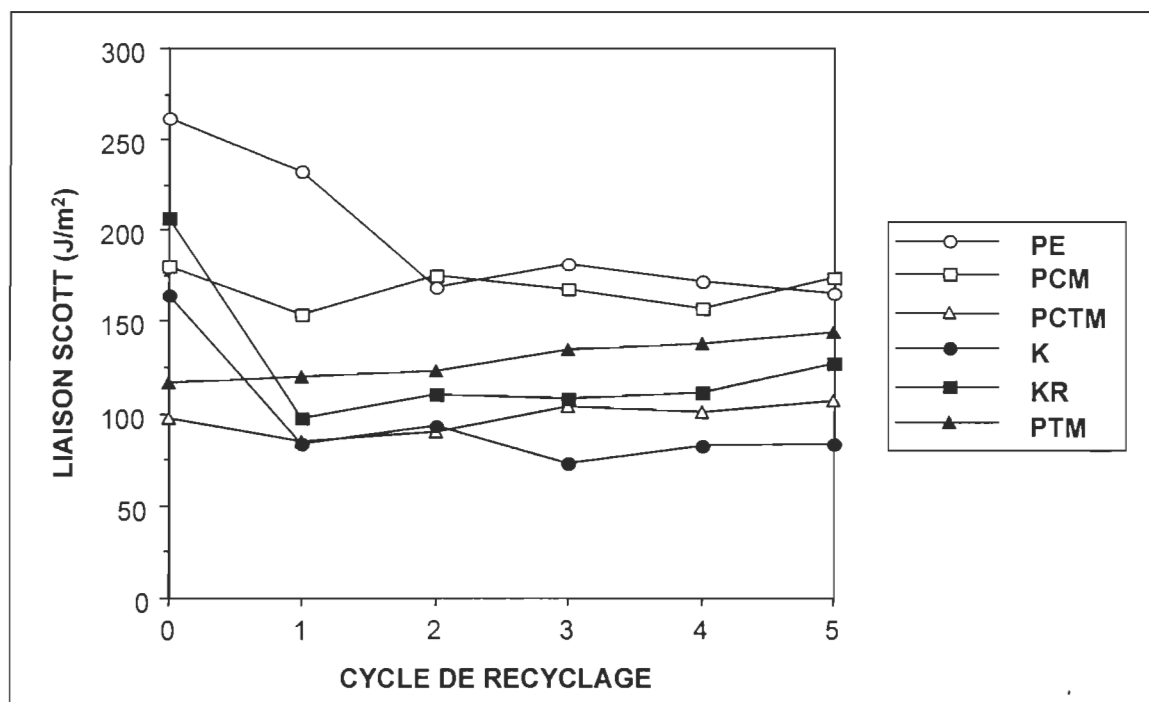


FIGURE 5.5 L'effet du recyclage multiple sur la liaison Scott.

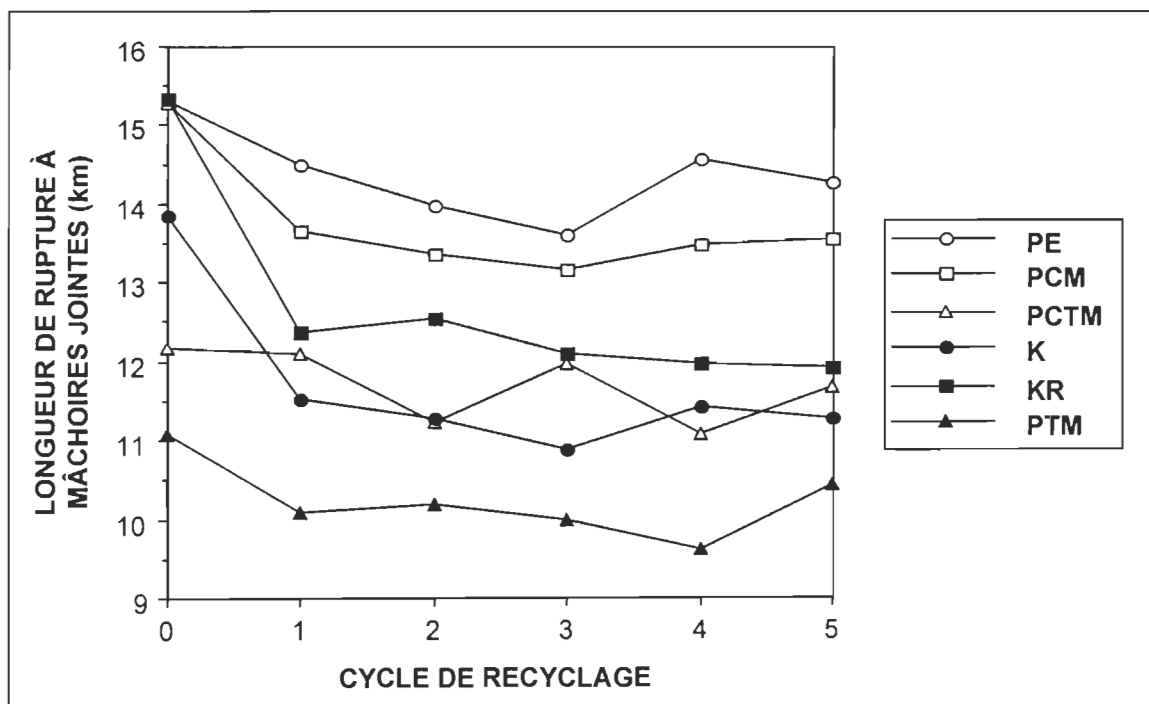


FIGURE 5.6 L'effet du recyclage multiple sur la résistance des fibres à la traction mesurée avec l'appareil Pulmac.

5.1.2 Les propriétés optiques des pâtes recyclées.

Toutes les propriétés optiques du papier et des pâtes recyclés de 1,2 g et 3 g ainsi que leurs écarts-types sont donnés dans les tableaux A.7, A.8, A.9, A.10, A.11 et A.12. La plus importante propriété optique des pâtes recyclées, la blancheur ISO, est donnée dans la figure 5.7. Le traitement à haute température de 190 °C entraîne une détérioration de la blancheur de 4% MgO pour la pâte kraft, et jusqu'à 7,9% MgO pour la PCTM dans le premier cycle du recyclage. Les pâtes les plus touchées sont la PTM et la PCTM. La présence de la lignine du bois résineux non sulfonée en grande quantité a eut un effet sur la diminution de la blancheur de la PTM. La lignine est aussi présente dans les pâtes kraft semi-blanchies, mais en moindre quantité; c'est pour cette raison qu'elles connaissent une moindre perte de la blancheur par rapport aux autres pâtes. La PE semble mieux résister à l'effet de haute température que la PCM, puisqu'elle ne perd que 7,2% MgO, tandis que la PCM connaît une perte de 11% MgO après le cinquième cycle de recyclage. L'utilisation d'un antioxydant pour assurer une protection de la blancheur du papier contenant des fibres lignifiées s'avère donc nécessaire.

Le coefficient trichromatique b^* (voir la figure 5.8) est un élément essentiel qui peut permettre d'attribuer la diminution de la blancheur au jaunissement du papier. L'augmentation de ce coefficient dans le cas des PE, PCM, PCTM et PTM confirme que la haute température de traitement sans la présence d'un antioxydant cause des réactions d'oxydation, une création de chromophores sur la structure de la lignine et le jaunissement consécutif. Une exception demeure, soit les pâtes kraft semi-blanchies, pour lesquelles la présence de la lignine est moindre, soit entre 0,5% et 1%.

La diffusion de la lumière est la fonction de la surface spécifique moins la surface utilisée pour la liaison des fibres dans la structure du papier. Il est à noter que la surface spécifique dépend fortement de la présence des fines, lesquelles augmentent considérablement la surface spécifique. La variation des fines est minimisée, car la pâte recyclée fut filtrée en utilisant le papier filtre et entièrement récupérée. Cependant, la quantité des fines diminue légèrement pour les pâtes mécaniques; ceci est exprimé par la fraction P200 dans les tableaux A.19, A.20, A.21 et A.24. Cela devrait contribuer à l'augmentation de la diffusion de la lumière des pâtes mécaniques si la surface utilisée pour la liaison inter-fibres reste constante. La fraction P200 est relativement constante pour la pâte kraft et la pâte kraft raffinée (voir les tableaux A.22 et A.23). Le coefficient de diffusion de la lumière diminue seulement dans le cas de la PTM (voir la figure 5.9), ce qui signifie l'augmentation de la liaison inter-fibres. La PCTM nous montre une diffusion de la lumière constante, tandis que la diffusion augmente pour les PE et PCM. Les pâtes kraft, après le premier cycle, donnent un coefficient constant mais la plus grande variation est constatée dans le premier cycle de recyclage. Le coefficient de diffusion de la pâte kraft augmente plus que celui de la pâte kraft raffinée. Cette différence pourrait être expliquée par la quantité de fines supérieure dans la pâte kraft raffinée, lesquelles agissent comme un tampon sur la surface spécifique.

Dans la figure 5.10, on peut voir l'effet du recyclage multiple sur l'opacité ISO des papiers recyclés. On constate que l'amélioration de l'opacité fut causée par la diminution de la blancheur. L'opacité des papiers issus des pâtes kraft augmente plus que celle des papiers issus des pâtes mécaniques et chimicomécanique. Ceci peut être dû à l'opacité inférieure des pâtes kraft et à

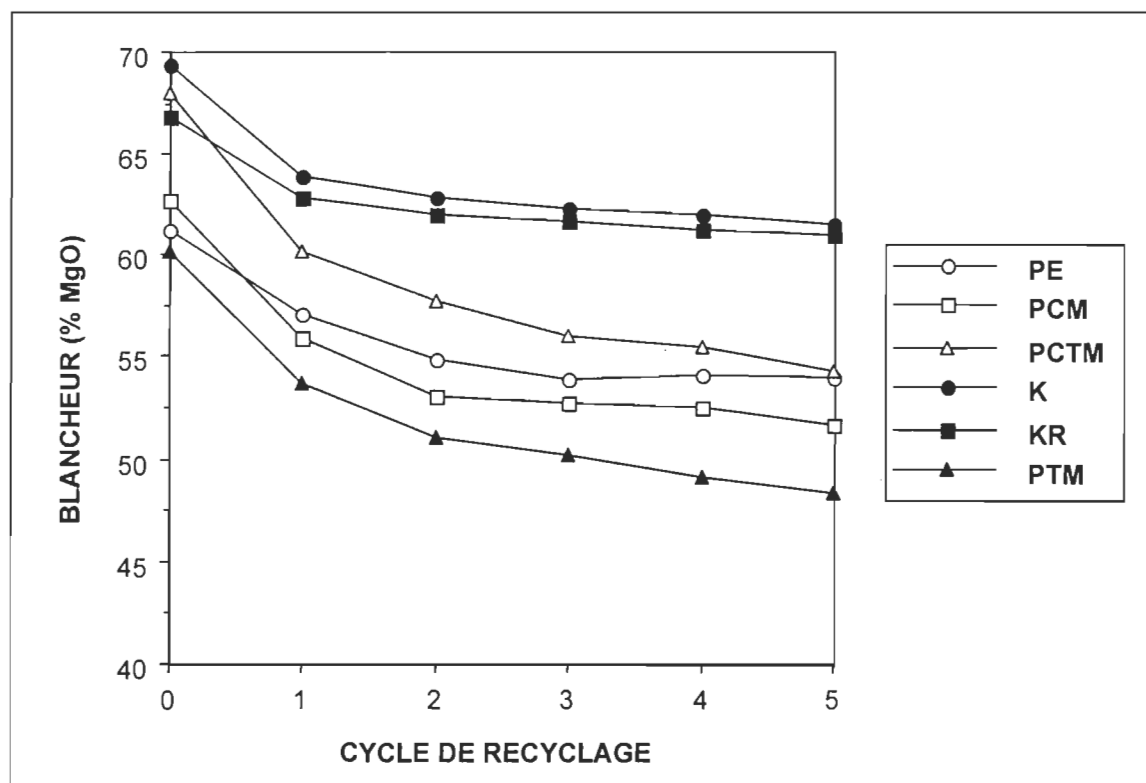


FIGURE 5.7 L'effet du recyclage multiple sur la blancheur des différentes pâtes (feuilles de 3g).

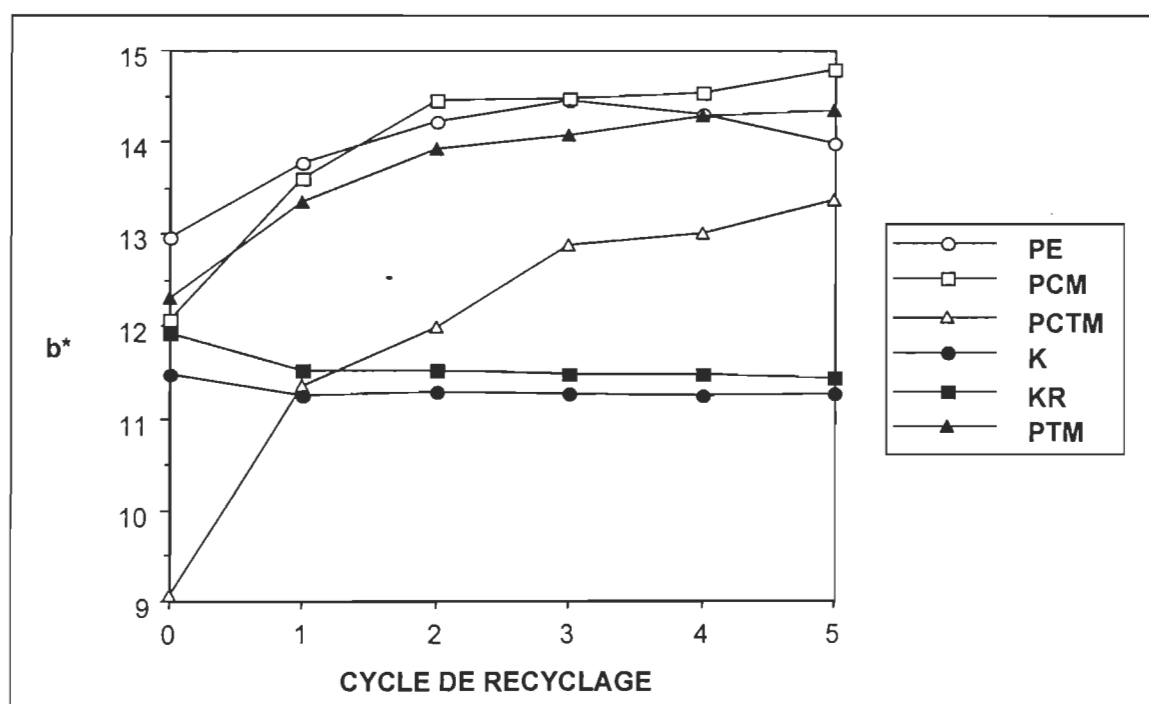


FIGURE 5.8 L'effet du recyclage multiple sur la couleur des différentes pâtes.

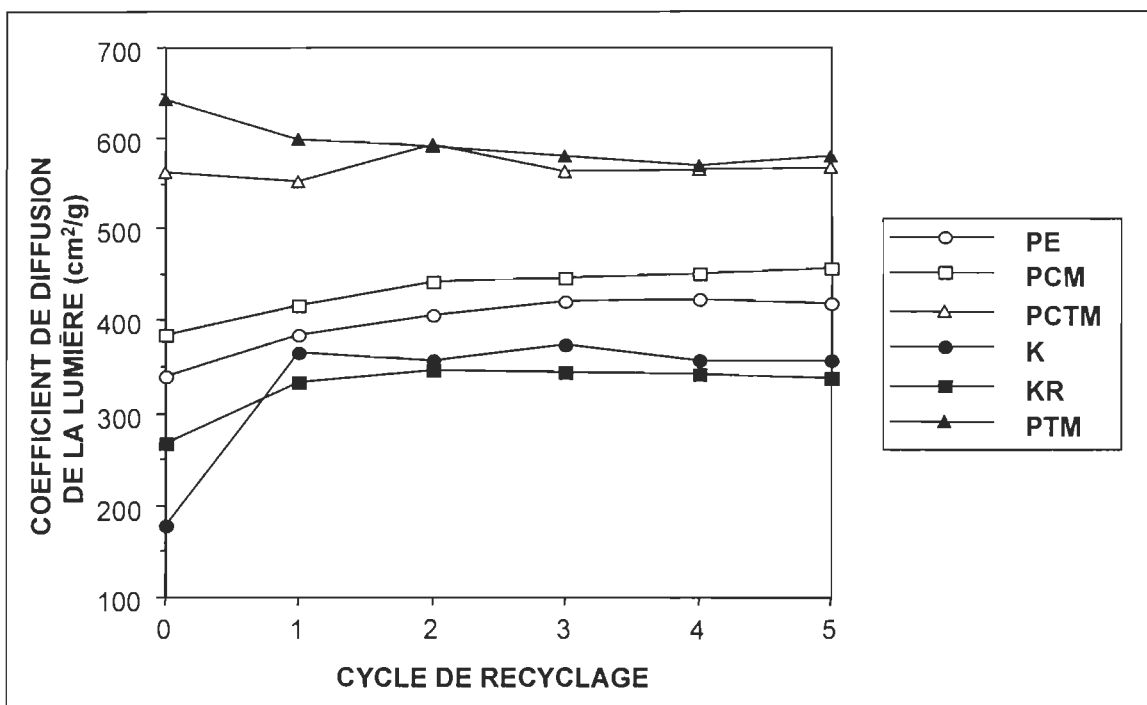


FIGURE 5.9 L'effet du recyclage multiple sur la diffusion de la lumière des différentes pâtes.

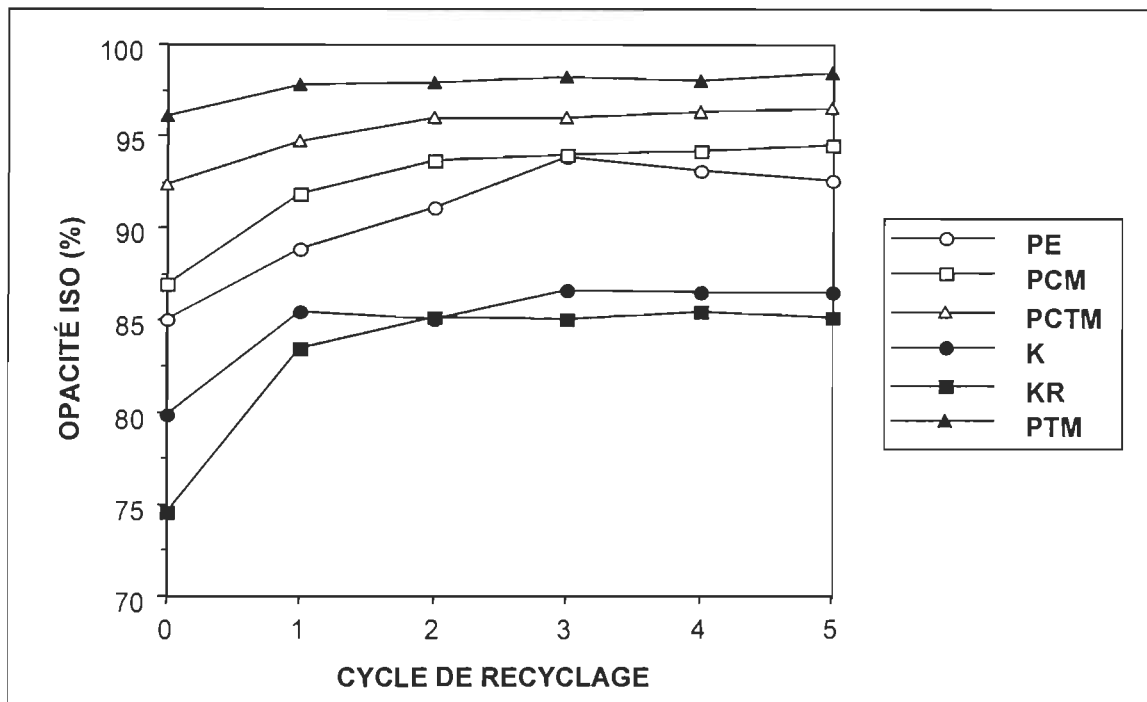


FIGURE 5.10 L'effet du recyclage multiple sur l'opacité des différentes pâtes.

l'augmentation de la surface non-employée pour la liaison inter-fibres. Cependant, l'opacité des pâtes kraft ne dépasse pas 86,6%.

5.1.3 Le rendement du recyclage et les changements physiques des fibres des pâtes recyclées.

Les propriétés physico-chimiques mesurées et le rendement des pâtes recyclées sont donnés dans les tableaux A.13, A.14, A.15, A.16, A.17 et A.18.

Le rendement est une caractéristique importante pour juger la productivité et l'efficacité du procédé. On peut voir le rendement dans la figure 5.11; toutefois, il est difficile de pouvoir en tirer des conclusions, car les courbes des pâtes sont entrelacées. Malgré cela, il est possible de constater que les rendements des PCTM et PTM, après le cinquième cycle de recyclage, affichent les rendements les plus bas; ceci correspond bien à l'hypothèse qui veut que ces deux pâtes soient plus sensibles à l'hydrolyse acide parce qu'elles contiennent une quantité d'hémicelluloses plus élevée que les autres pâtes. Les pâtes perdent en moyenne à peu près 0,5% de leur rendement à chaque cycle de recyclage; cela correspond, grosso modo, aux résultats publiés par Ruzinsky et Kokta [54] concernant le même traitement d'une durée de 1 minute à 190 °C. La baisse du rendement peut être attribuée à l'autohydrolyse et aussi à la perte des fines. L'acidité de la vapeur saturée à une haute température de 190 °C conduit à l'autohydrolyse acide et à la formation des acides du bois [26,50,118]. Le pH de la PTM (voir la figure 5.12) mesuré après la cuisson se veut le plus bas, et varie entre 4,6 et 4,9; cela est dû à la plus grande présence des hémicelluloses. Les autres pâtes affichent des pH variant entre 4,9 et 6.

Le traitement du papier à haute température et à haute pression ne mène pas seulement à la désintégration du papier, mais entraîne aussi des altérations des propriétés physico-chimiques. Ces changements, qui se produisent tant à la surface des fibres qu'à l'intérieur des fibres, influencent les propriétés mécaniques.

La densité du papier recyclé est directement liée à l'élasticité des fibres et à leur capacité de former une surface de contact commune pour les deux fibres. Une densité plus élevée signifie une feuille plus compacte et une plus grande liaison inter-fibres. Dans la figure 5.13, on constate que la baisse de la densité de la pâte kraft raffinée se veut plus prononcée que celle de la pâte kraft non-raffinée. La PE et la PCM montrent une densité constante durant tous les cinq recyclages, tandis que la PTM et la PCTM affichent une augmentation de leur densité. Ceci peut partiellement expliquer une légère amélioration de la résistance mécanique chez ces deux pâtes. Le traitement à haute température améliore la flexibilité des fibres des PCTM et PTM et, conséquemment, leurs propriétés mécaniques. Les fibres ainsi recyclées peuvent mieux se placer dans la feuille, ce qui favorise les liaisons inter-fibres.

La porosité du papier est un indicateur d'espaces libres entre les fibres, lesquels permettent à l'air de circuler lorsqu'on effectue la mesure. La porosité peut nous donner une indication indirecte de la liaison inter-fibres, semblable à celle de la densité. La quantité de fines a une forte influence sur la valeur de la porosité. On constate, dans la figure 5.14, une forte augmentation de la porosité des pâtes kraft, particulièrement dans le premier cycle. Cela signifie que la main des pâtes augmente et donc que la liaison inter-fibres diminue. La porosité de la pâte kraft augmente plus que celle de la pâte kraft non-raffinée. La porosité des

PTM et PCTM semble peu influencée par le recyclage, et celle des PE et PCM n'augmente que légèrement. La différence de comportement au cours du recyclage entre les pâtes kraft et les pâtes à haut rendement pourrait s'expliquer par la présence de la lignine, laquelle agit comme un protecteur contre le durcissement des fibres.

L'indice d'égouttage est une caractéristique primordiale tout au long de la fabrication du papier, et surtout lors du drainage sur la toile de la machine à papier. Le temps de drainage donne des indices similaires à celui-ci. L'indice d'égouttage (voir la figure 5.15) est constant pour les PTM et PCTM, alors que dans le cas des PE et PCM, on voit une légère augmentation d'environ 50 mL. Toutefois, les pâtes kraft sont les plus touchées par le recyclage, et surtout par le séchage du papier qui eut lieu au premier cycle de recyclage. L'indice d'égouttage augmente d'environ 100 mL pour les pâtes kraft.

L'indice de rétention de l'eau (WRV) est un indicateur du gonflement des fibres qui représente la masse d'eau dans les fibres impossible à éliminer par centrifugation. Cet indice a une liaison étroite avec la surface spécifique des fibres. La figure 5.16 montre une diminution du WRV dans le premier cycle de recyclage; par contre, les cycles suivants ne l'affectent plus. Ainsi, nous pouvons attribuer la perte de la surface spécifique au séchage du papier, qui eut lieu seulement au premier cycle de recyclage. Les PCTM et PTM montrent une diminution moins marquée que les autres pâtes, et celle-ci est en bonne corrélation avec les propriétés mécaniques.

Le facteur S (voir la figure 5.17) est un indicateur de développement de la surface qui n'est pas influencé par la présence des fines dans la pâte. Un

meilleur développement des surfaces améliore les liaisons entre les fibres. Le facteur S de la PTM est très bas par rapport à celui des autres pâtes, car les fibres sont bien raffinées et la surface est bien développée; mais malgré cet avantage, la surface est lignifiée et contribue peu à la liaison inter-fibres. Le facteur S augmente pour les pâtes kraft, PE et PCM, ce qui signifie la dégradation du développement de la surface. On voit une légère diminution de 15 mL dans le cas de la PCTM, qui pourrait avoir pour cause l'impact mécanique de la pâte contre la paroi du réservoir de décharge et le développement consécutif de la surface.

5.1.4 Les changements chimiques des pâtes recyclées.

Il est bien connu que la résistance mécanique du papier est influencée par le contenu en groupement acides (SO_3^{2-} , COO^-) de la pâte. Les groupes sulfoniques sont incorporés dans la structure de la lignine pendant le traitement des copeaux avec le sulfite de sodium, et le degré de sulfonation est en relation étroite avec les propriétés papetières [91]. La sulfonation de la lignine change son caractère hydrophobe en un caractère plus hydrophile, ce qui augmente la chance d'avoir davantage de liaisons d'hydrogène entre les fibres. Le contenu en ions sulfoniques est illustré à la figure 5.18. La baisse du contenu sulfonique nous laisse croire à une certaine dégradation de la lignine, mais il est difficile de trouver une explication pour l'augmentation du contenu après le deuxième cycle de recyclage dans le cas de la PCTM, et après le troisième cycle de recyclage dans le cas de la PE et de la PCM. Le même effet paraît dans la figure 5.20 pour le contenu ionique total, qui est la somme des contenus sulfonique et carboxylique.

Les groupes carboxyliques sont formés principalement par l'hydrolyse des esters uroniques dans les hémicelluloses, lesquels sont sensibles à l'hydrolyse à haute température. On voit une baisse du contenu carboxylique des pâtes kraft pendant le recyclage multiple, tandis que le contenu de la PTM augmente de peu (voir la figure 5.19). En ce qui concerne la pâte kraft, cela pourrait signifier la perte des hémicelluloses.

La spectroscopie infrarouge par la transformée de Fourier (FTIR) est employée pour estimer les changements chimiques des matières cellulosiques [107-109]. Le FTIR fut utilisé pour déterminer les changements des bandes au cours du recyclage. Les spectres infrarouges sont illustrés dans les figures 5.21, 5.22, 5.23, 5.24, 5.25 et 5.26. Le tableau 5.1 donne l'interprétation des principales bandes observées. Il est à noter que les bandes à 1735 et 1235 cm^{-1} attribuables à la vibration d'élongation des groupes carbonyles ou carboxyles ne montrent pas de changements majeurs. Les deux bandes sont également liées à la présence de groupements acétyles ou d'acides uroniques dans les hémicelluloses, et particulièrement aux xylanes dans le cas du bois de feuillus. Ainsi, l'intensité quasi constante des bandes 1735 et 1235 cm^{-1} ne devrait pas impliquer l'élimination significative des hémicelluloses comme cela fut le cas dans les expériences de Ben [115].

L'analyse de la cellulose selon le modèle de Sukhov [75] est montrée dans les tableaux A.13, A.14, A.15, A.16, A.17 et A.18, et la comparaison des pâtes pour la cellulose I ordonnée est indiquée dans la figure 5.27. La cristallinité de la cellulose augmente au cours du recyclage pour toutes les pâtes. C'est pourquoi le raffinage de la pâte recyclée plus cristalline a tendance à créer plus de fines que le raffinage de la pâte vierge.

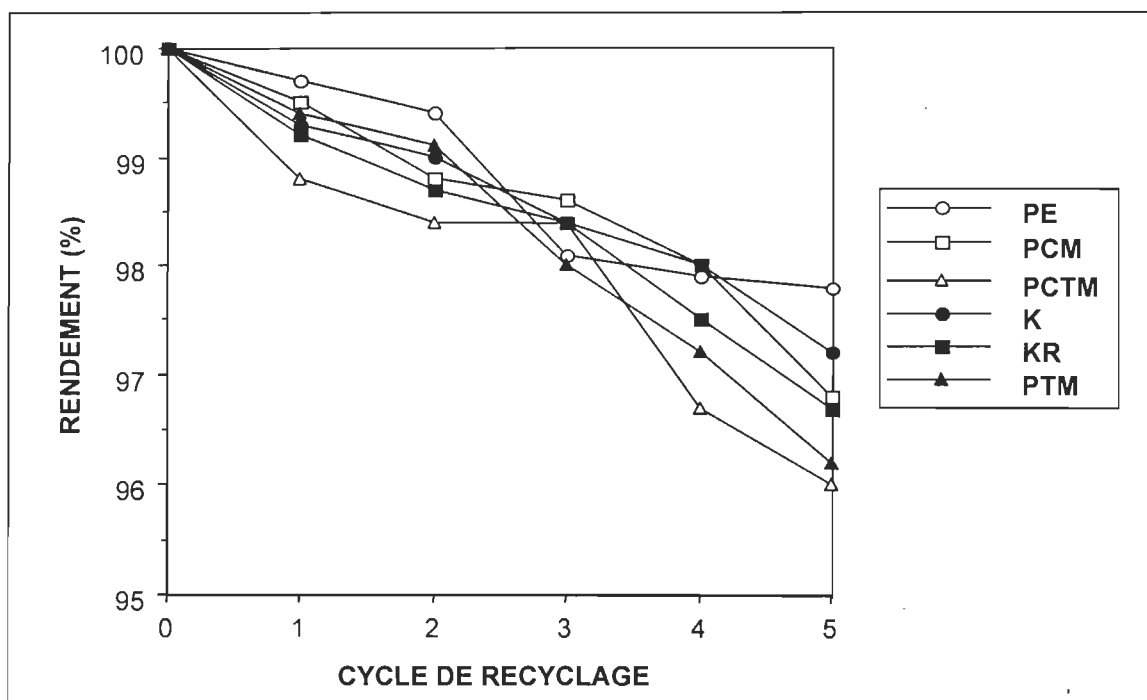


FIGURE 5.11 L'effet du recyclage multiple sur le rendement des différentes pâtes recyclées.

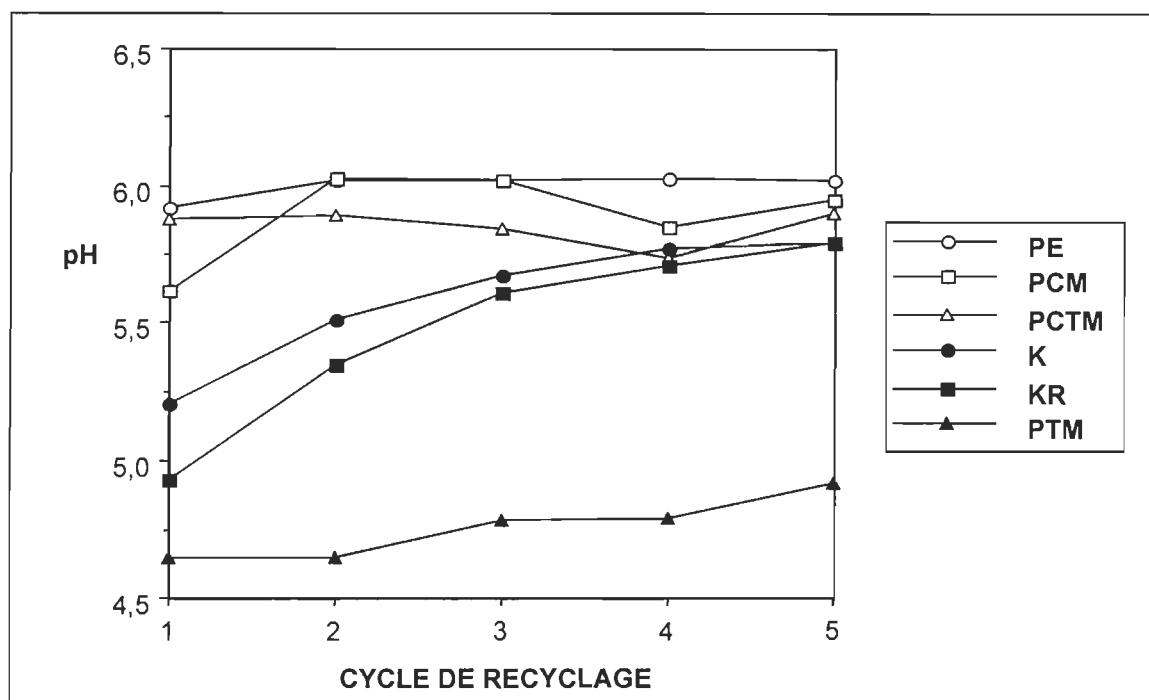


FIGURE 5.12 L'évolution du pH dans les différentes pâtes recyclées après le traitement à haute température.

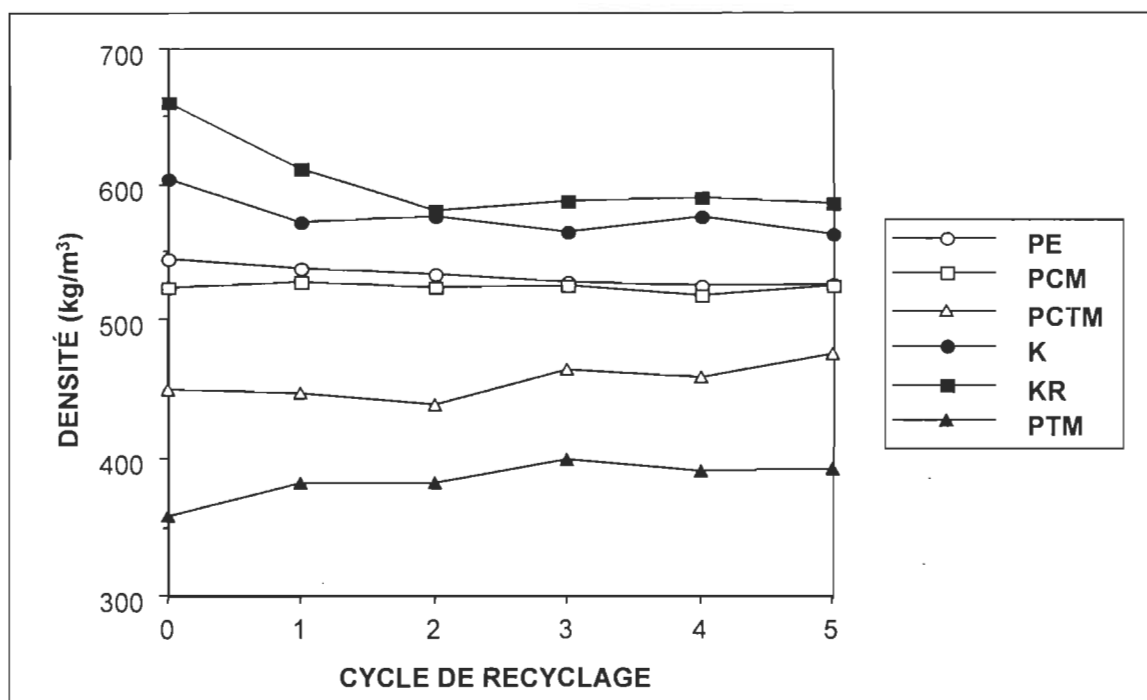


FIGURE 5.13 L'effet du recyclage multiple sur la densité des papiers issus des différentes pâtes.

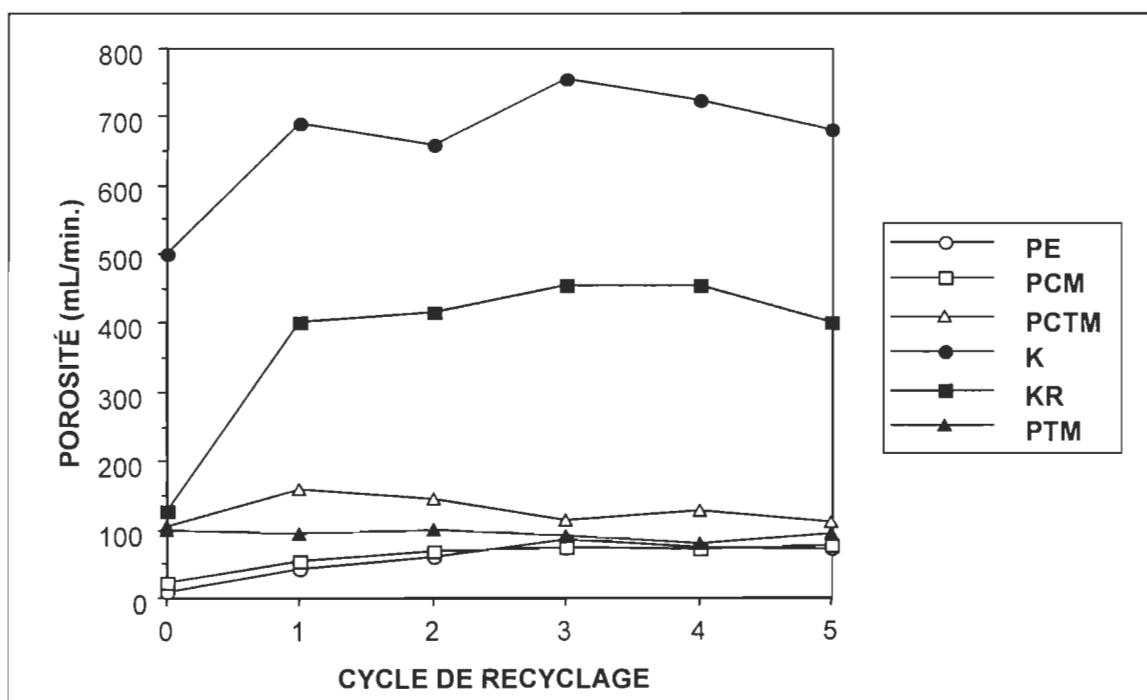


FIGURE 5.14 L'effet du recyclage multiple sur la porosité des papiers issus des différentes pâtes.

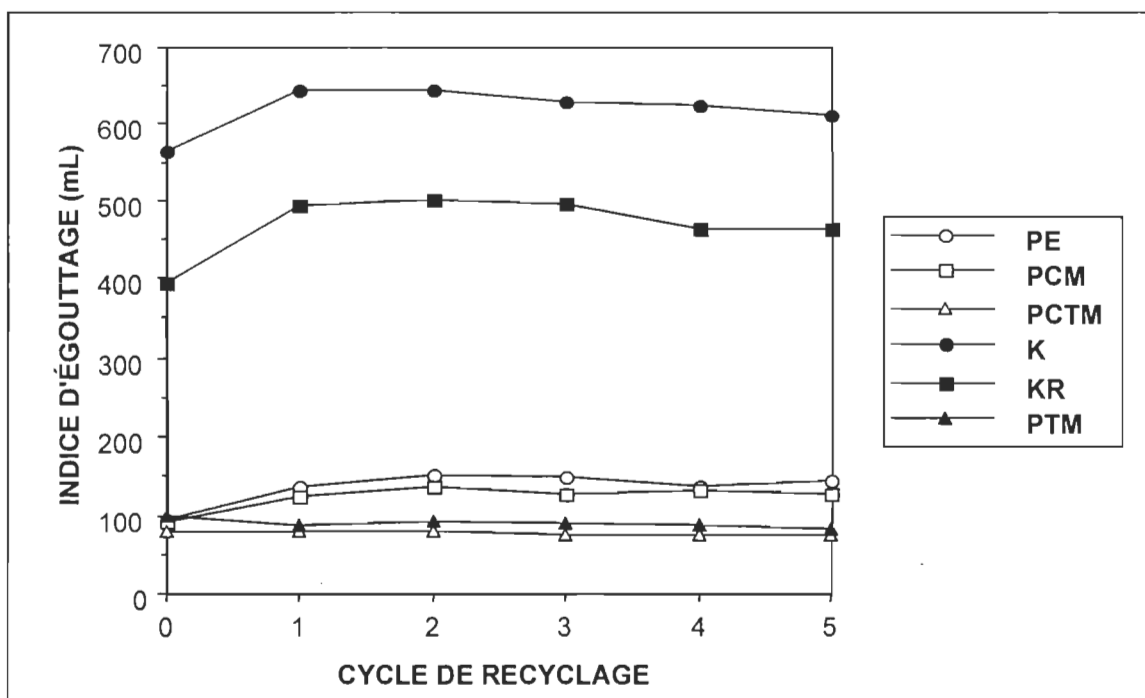


FIGURE 5.15 L'effet du recyclage multiple sur l'indice d'égouttage des différentes pâtes recyclées.

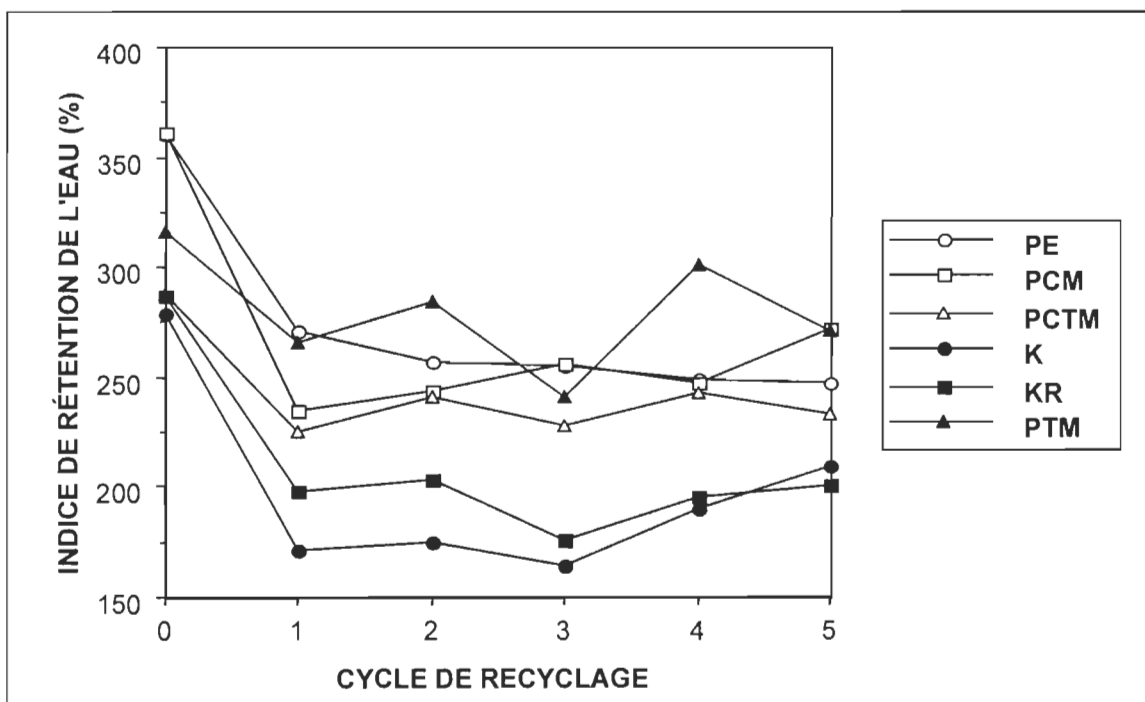


FIGURE 5.16 L'effet du recyclage multiple sur l'indice de rétention de l'eau des différentes pâtes recyclées.

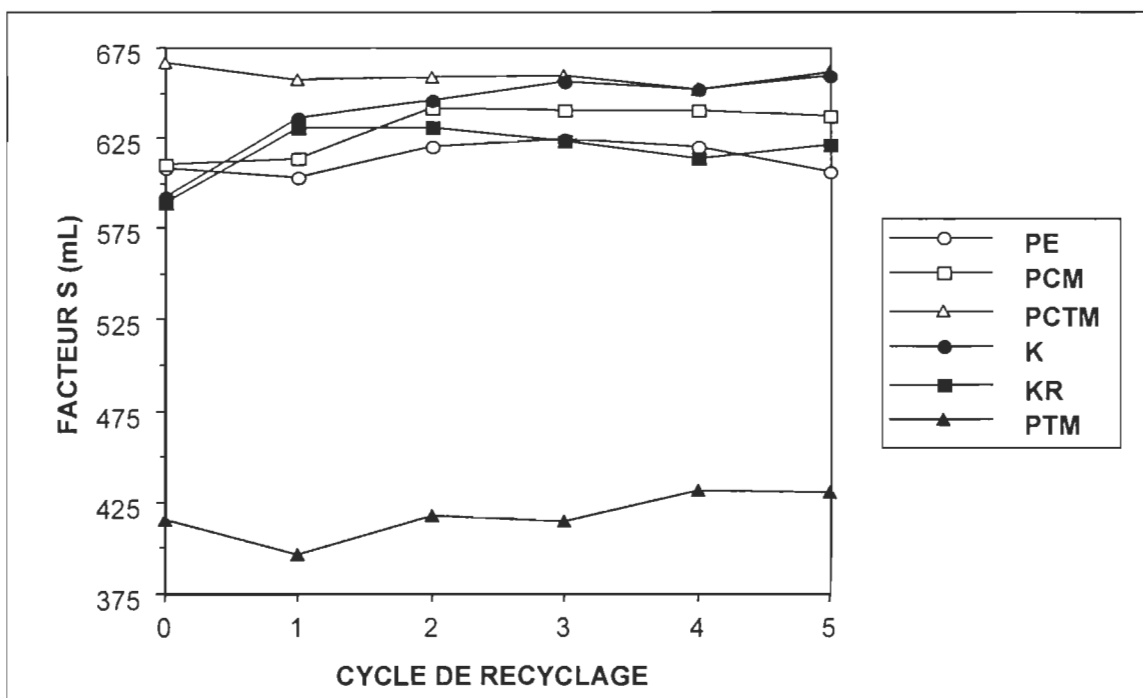


FIGURE 5.17 L'effet du recyclage multiple sur le développement de la surface des fibres recyclées.

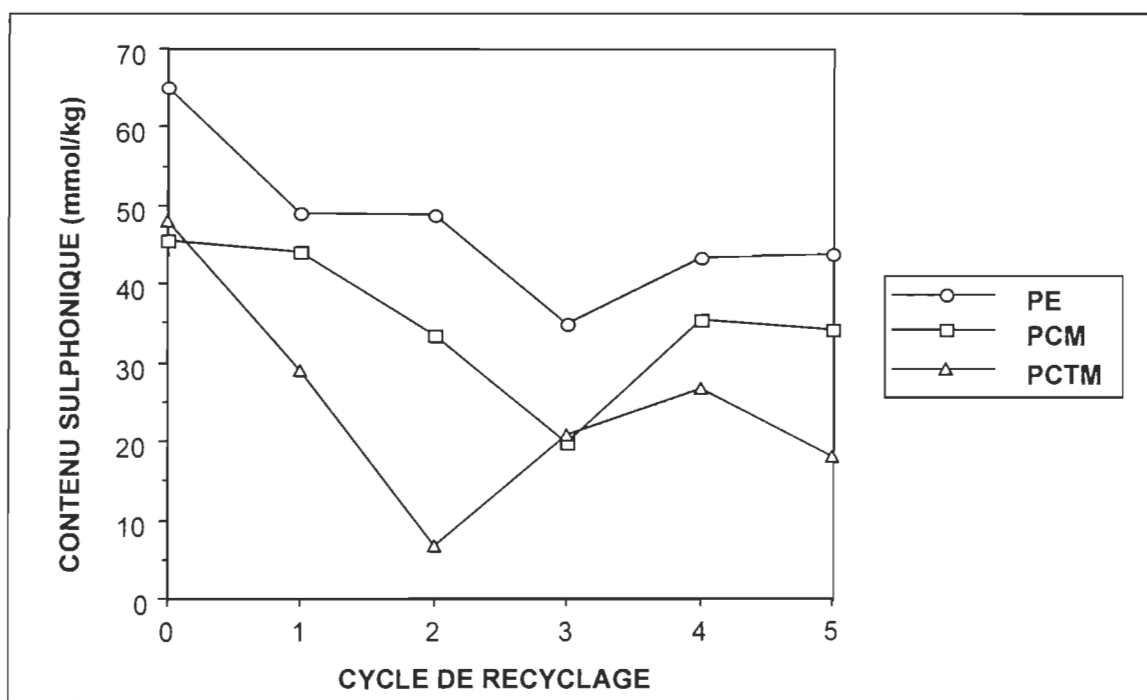


FIGURE 5.18 L'effet du recyclage multiple sur le contenu sulfonique des différentes pâtes recyclées.

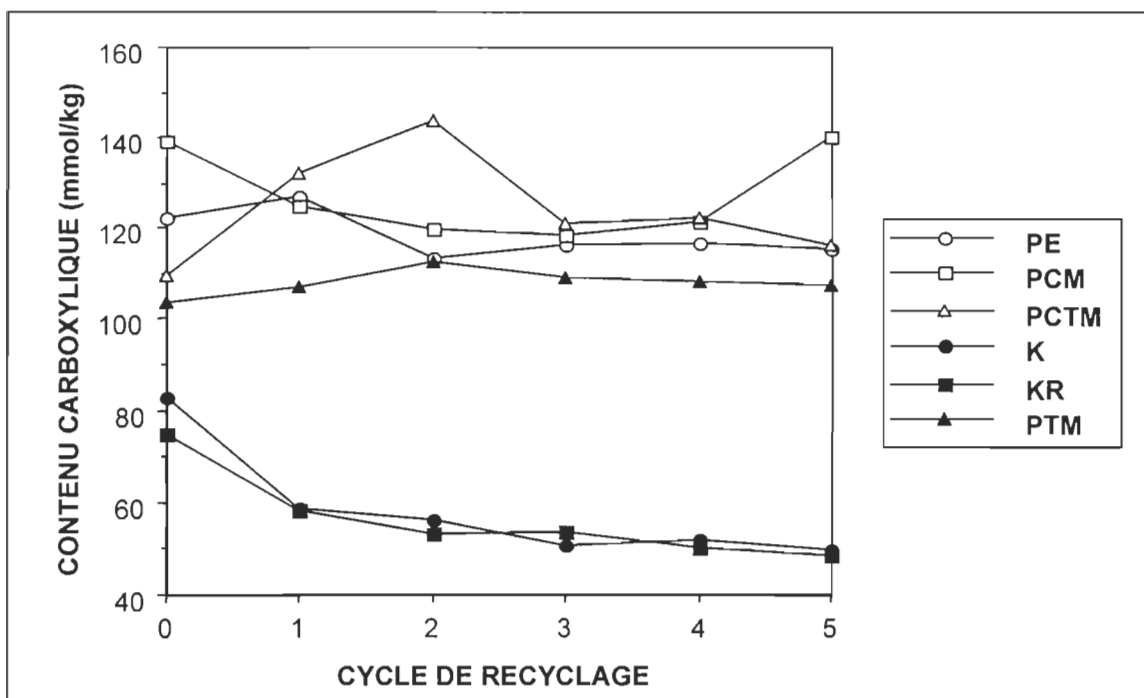


FIGURE 5.19 L'effet du recyclage multiple sur le contenu carboxylique des différentes pâtes recyclées.

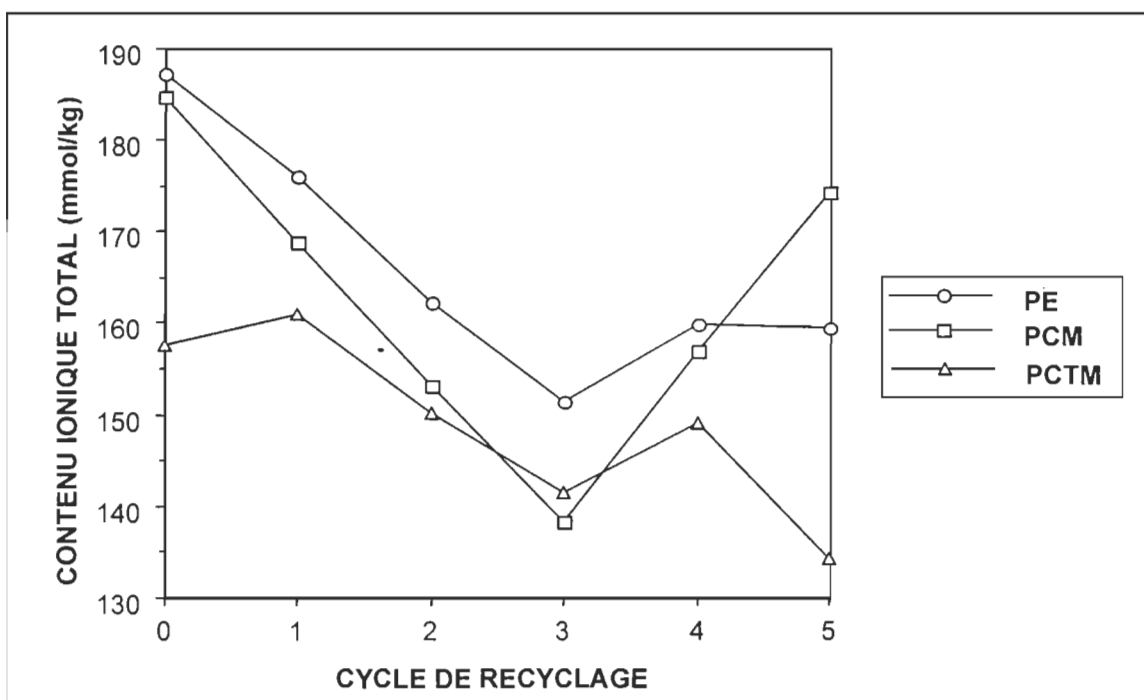


FIGURE 5.20 L'effet du recyclage multiple sur le contenu ionique total des différentes pâtes recyclées.

TABEAU 5.1 L'assignation des bandes dans les spectres infrarouges (4000 - 800 cm⁻¹) des pâtes recyclées [110-114].

| cm ⁻¹ | Assignation |
|------------------|---|
| 3347 | OH vibration d'élongation, divers types |
| 2936 | CH ₂ vibration antisymétrique d'élongation |
| 2902 | CH vibration d'élongation |
| 1735 | C=O vibration d'élongation des acétyles et carboxyles |
| 1640 | OH vibration de flexion dans l'eau absorbée |
| 1593 | C=C vibration d'élongation du noyau benzénique |
| 1504 | C=C vibration d'élongation du noyau benzénique |
| 1460 | CH ₂ vibration de flexion CH vibration de flexion des groupes méthoxyles CH ₃ déformation du noyau benzénique vibration du noyau benzénique OH vibration de flexion dans un plan des polyosides |
| 1426 | CH ₂ vibration en ciseau de la cellulose CH vibration de flexion des groupes méthoxyles |
| 1372 | CH vibration de flexion de la cellulose et des hémicelluloses |
| 1321 | OH vibration de flexion dans un plan de la cellulose et des hémicelluloses CH ₂ vibration de la cellulose |
| 1235 | C-O vibration d'élongation des acétyles et carboxyles |
| 1164 | vibration d'élongation du pont antisymétrique de C-O-C des polyosides |
| 1113 | vibration d'élongation du cycle glucose OH bande d'association de la cellulose et des hémicelluloses |
| 1060 | C-O vibration d'élongation de la cellulose et des hémicelluloses vibration du groupe sulfonique |
| 1037 | C-O vibration d'élongation de la cellulose et des hémicelluloses vibration du groupe acide sulfonique |
| 898 | carbone anomérique de la cellulose et des hémicelluloses fréquence d'élongation du cycle glucose des polyosides β-liés |

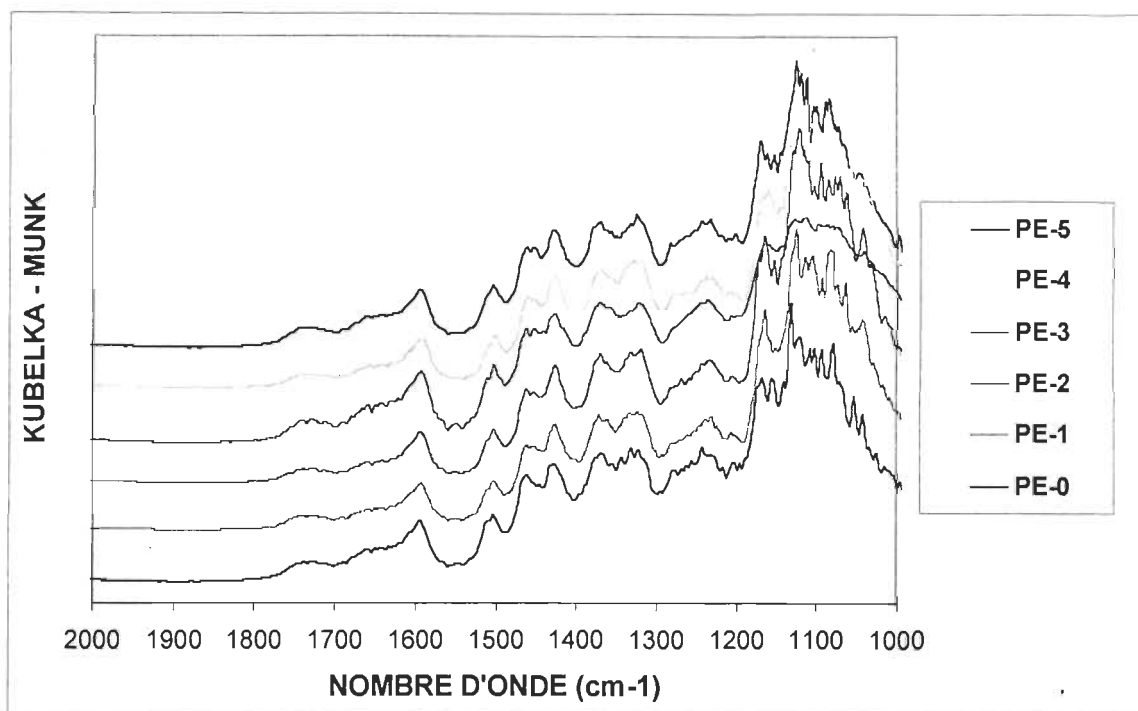


FIGURE 5.21 Les spectres infrarouges par la transformée de Fourier de la pâte d'explosion recyclée.

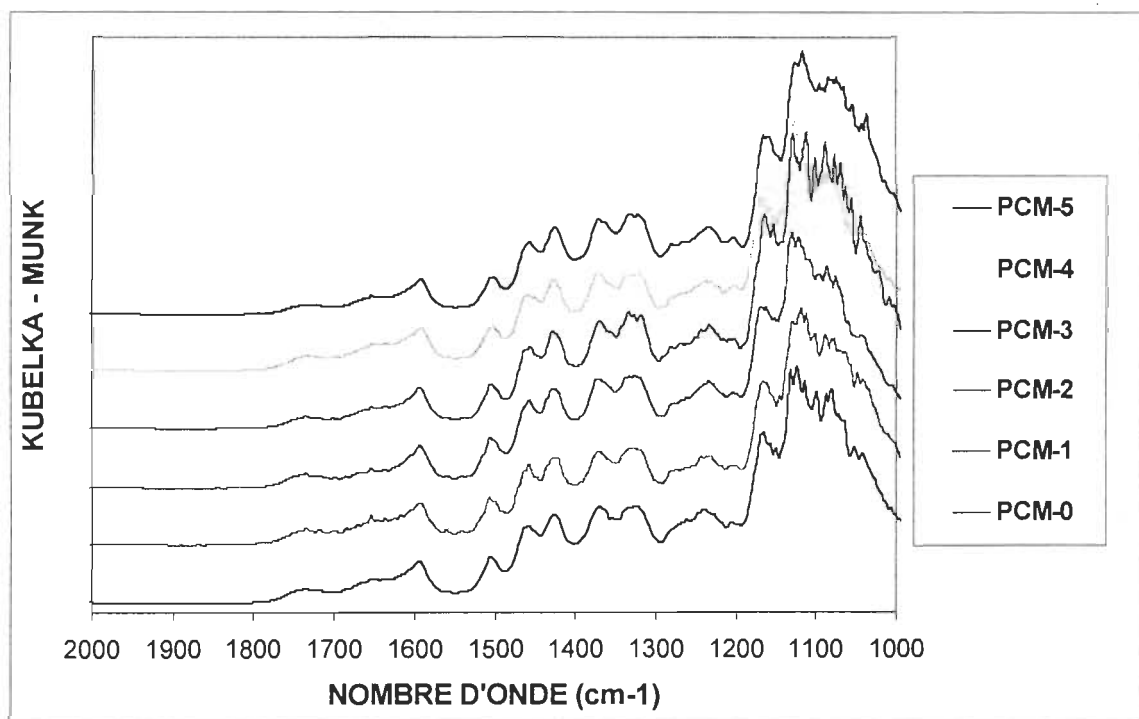


FIGURE 5.22 Les spectres infrarouges par la transformée de Fourier de la pâte chimicomécanique recyclée.

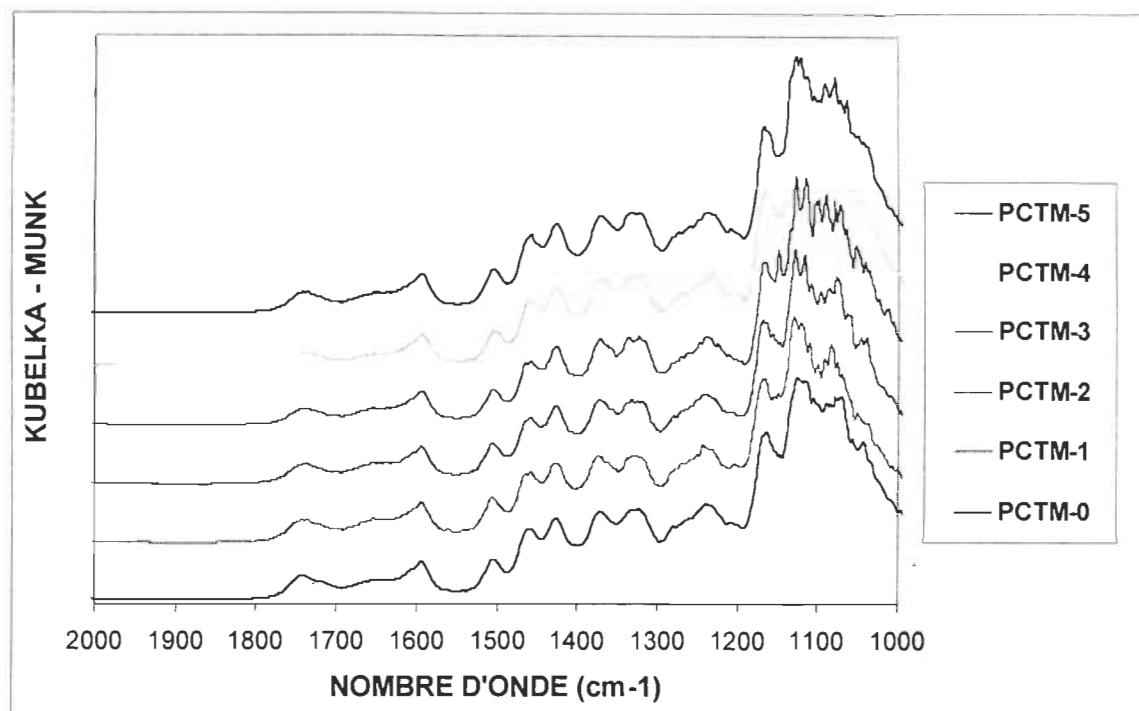


FIGURE 5.23 Les spectres infrarouges par la transformée de Fourier de la pâte chimico-thermomécanique recyclée.

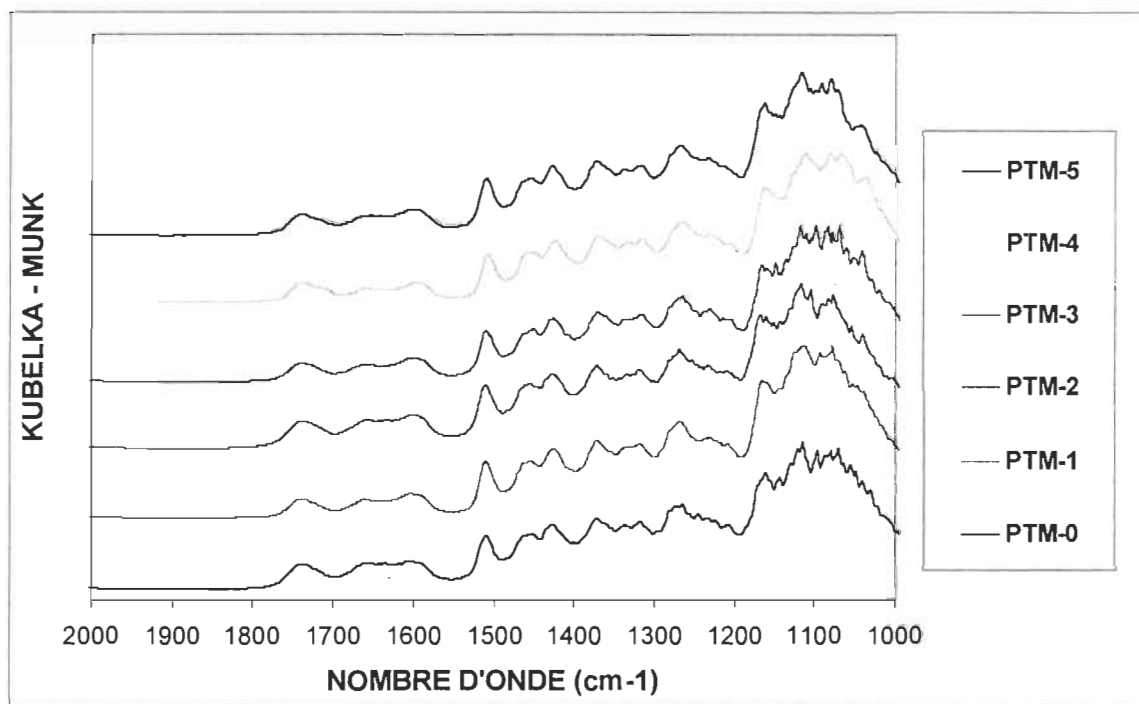


FIGURE 5.24 Les spectres infrarouges par la transformée de Fourier de la pâte thermomécanique recyclée.

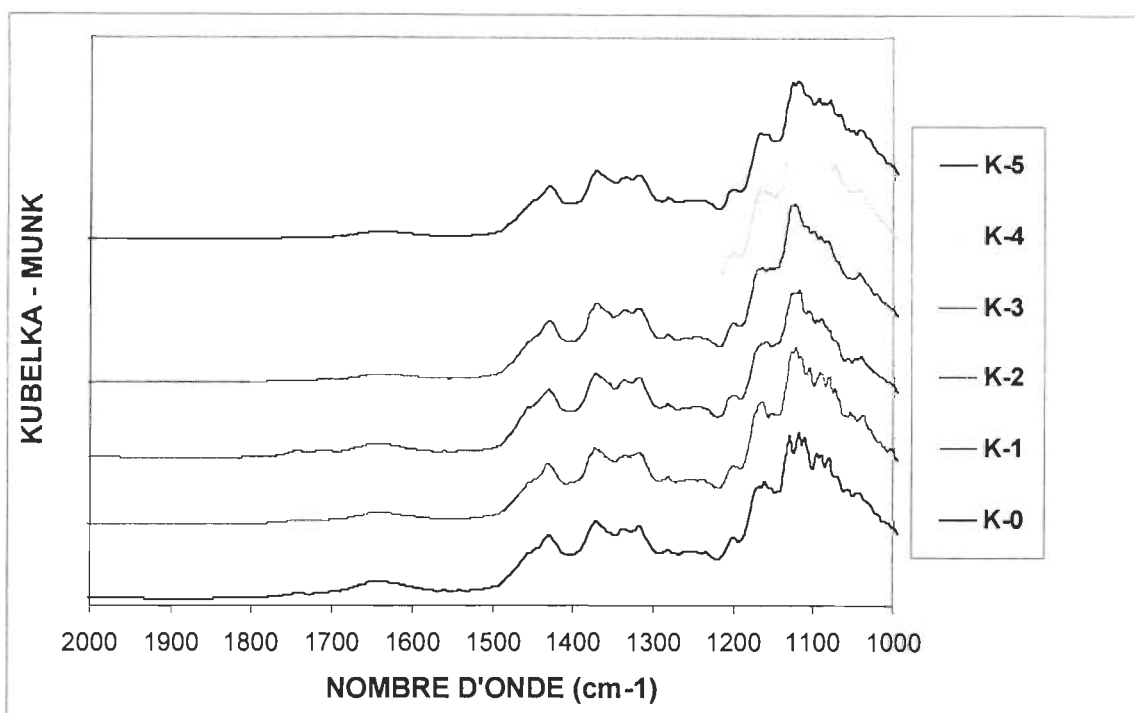


FIGURE 5.25 Les spectres infrarouges par la transformée de Fourier de la pâte kraft recyclée.

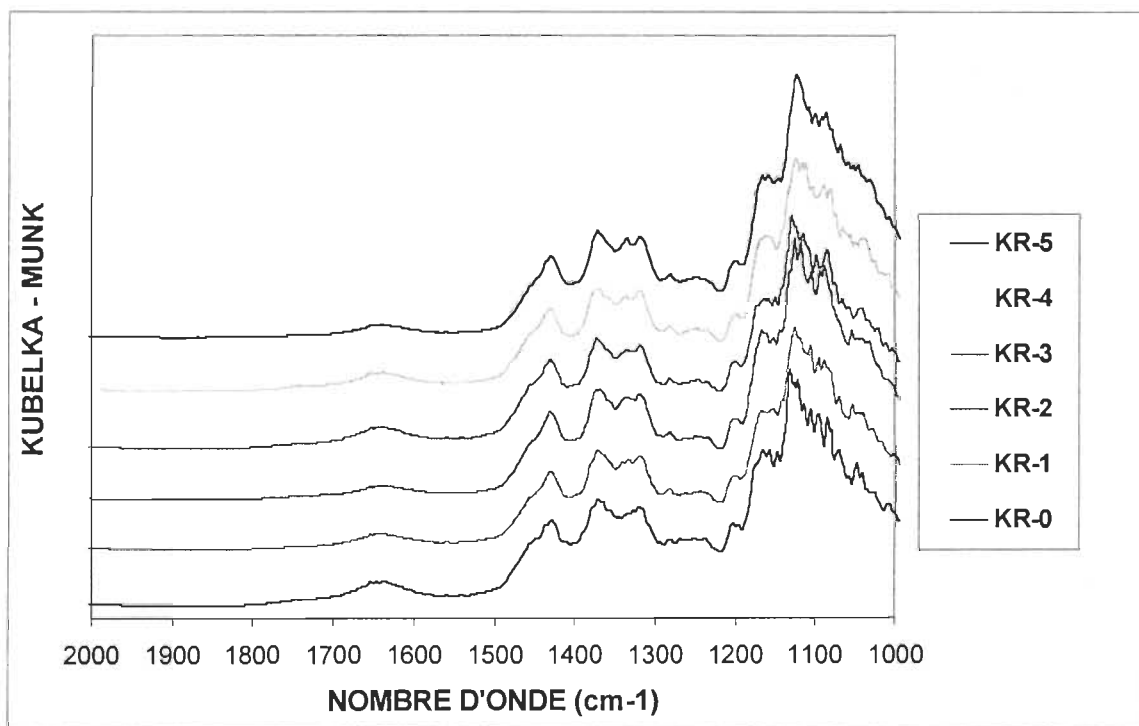


FIGURE 5.26 Les spectres infrarouges par la transformée de Fourier de la pâte kraft raffinées recyclée.

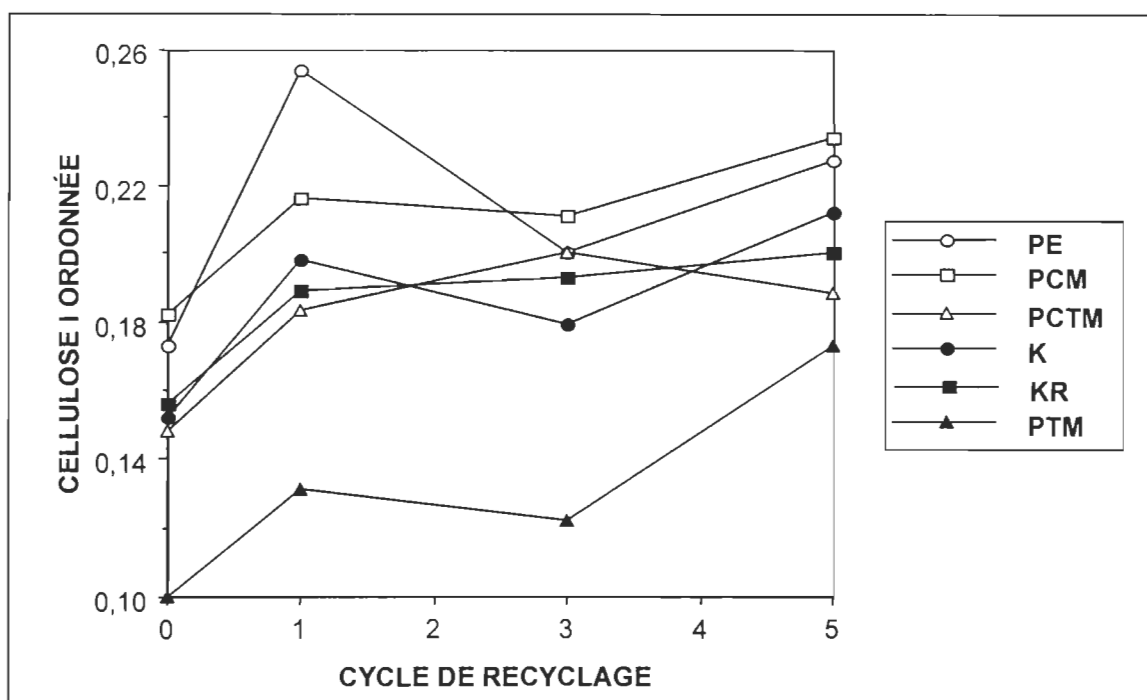


FIGURE 5.27 L'effet du recyclage sur la quantité de cellulose I ordonnée des différentes pâtes recyclées.

5.1.5 Les changements morphologiques des fibres des pâtes recyclées.

Les changements de la morphologie, tels le changement de la longueur des fibres et la détérioration des fibres survenue pendant le recyclage, influencent la résistance du papier à la traction. Les endommagements pourraient être principalement des dommages mécaniques causés, par exemples, par le traitement du recyclage (coupage des fibres, flambage des fibres, explosion de la paroi des fibres, etc.) et par le séchage et le calandrage du papier au moment de sa production.

La longueur des fibres et leur distribution, déterminées par différentes techniques, sont montrées dans les tableaux A.19, A.20, A.21, A.22, A.23, A.24 et dans les figures 5.28, 5.29, 5.30. La longueur des fibres a légèrement

tendance à diminuer selon la mesure Kajaani. Le facteur L, qui est la somme des fibres les plus longues de la classification de Bauer-McNett, nous montre une longueur constante des fibres.

L'analyse par OpTest la plus récente nous démontre l'amélioration de la résistance au déchirement des pâtes kraft par l'augmentation sélective de l'indice de courbature (voir la figure 5.31). On peut conclure que les fibres kraft, qui sont les plus courbées par le traitement à la vapeur saturée, donnent un enchevêtrement plus élevé des fibres dans la feuille. De plus, l'indice de cassure, dans les tableaux A.22, A.23 et A.24, ne montre pas de changements majeurs au cours du recyclage; il affiche seulement une augmentation légère qui peut signifier la torsion des fibres ou l'explosion des parois des fibres.

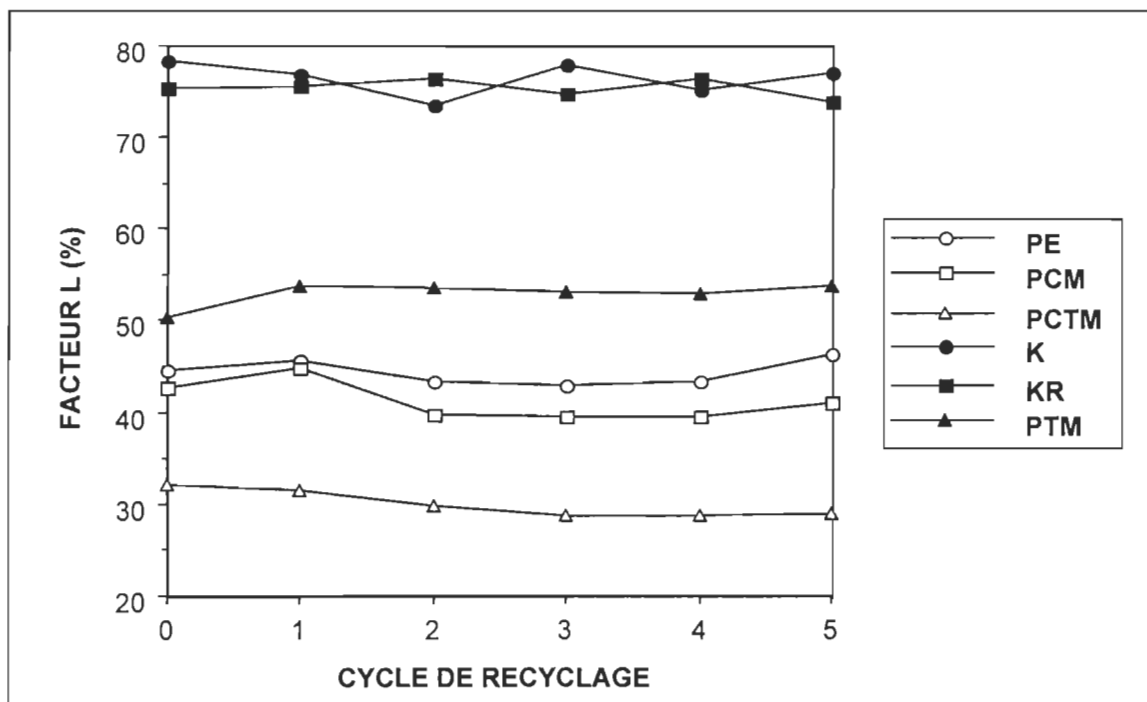


FIGURE 5.28 L'effet du recyclage multiple sur la longueur des fibres des différentes pâtes recyclées.

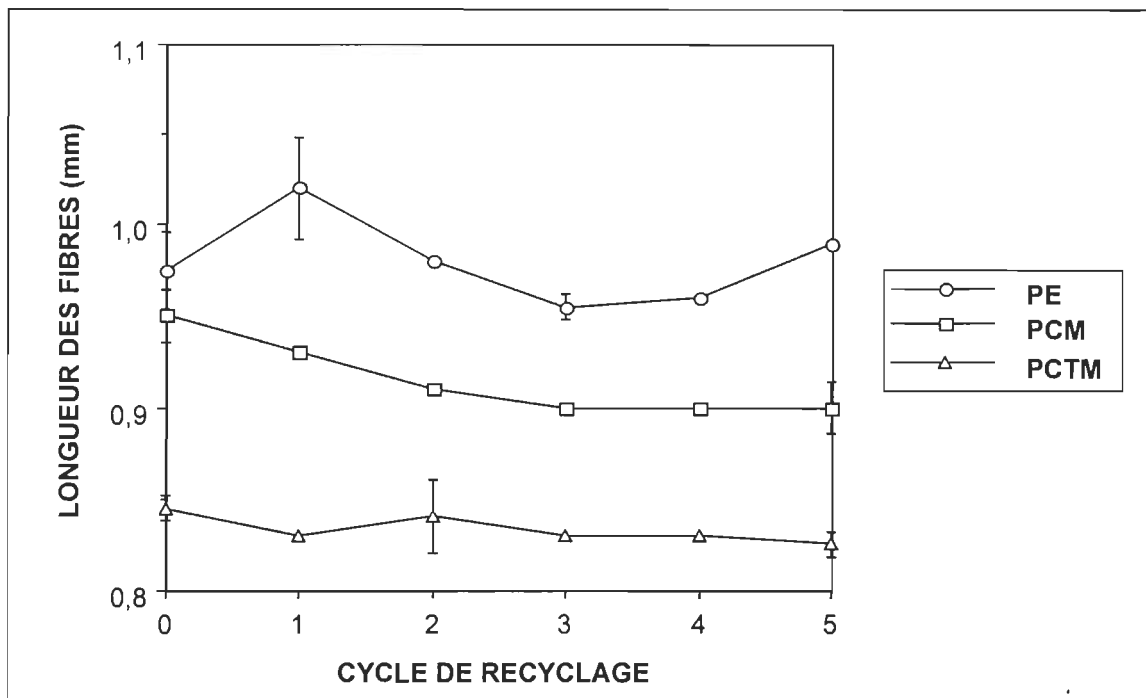


FIGURE 5.29 L'effet du recyclage multiple sur la longueur des fibres mesurée avec Kajaani FS-100.

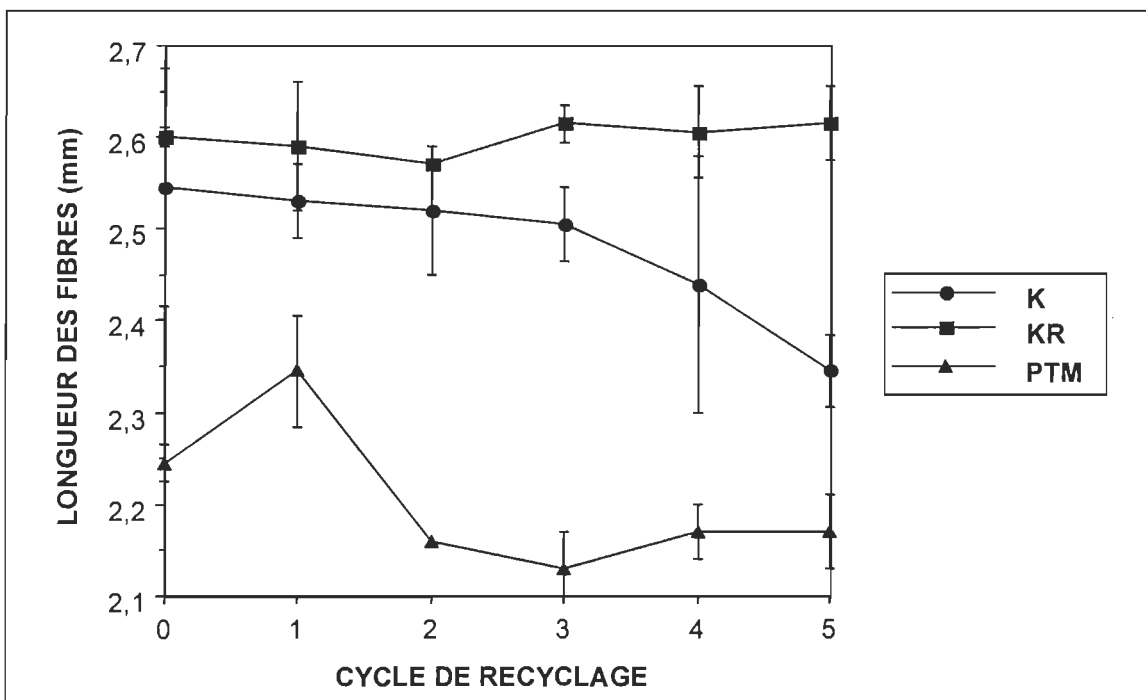


FIGURE 5.30 L'effet du recyclage multiple sur la longueur des fibres mesurée avec Kajaani FS-100.

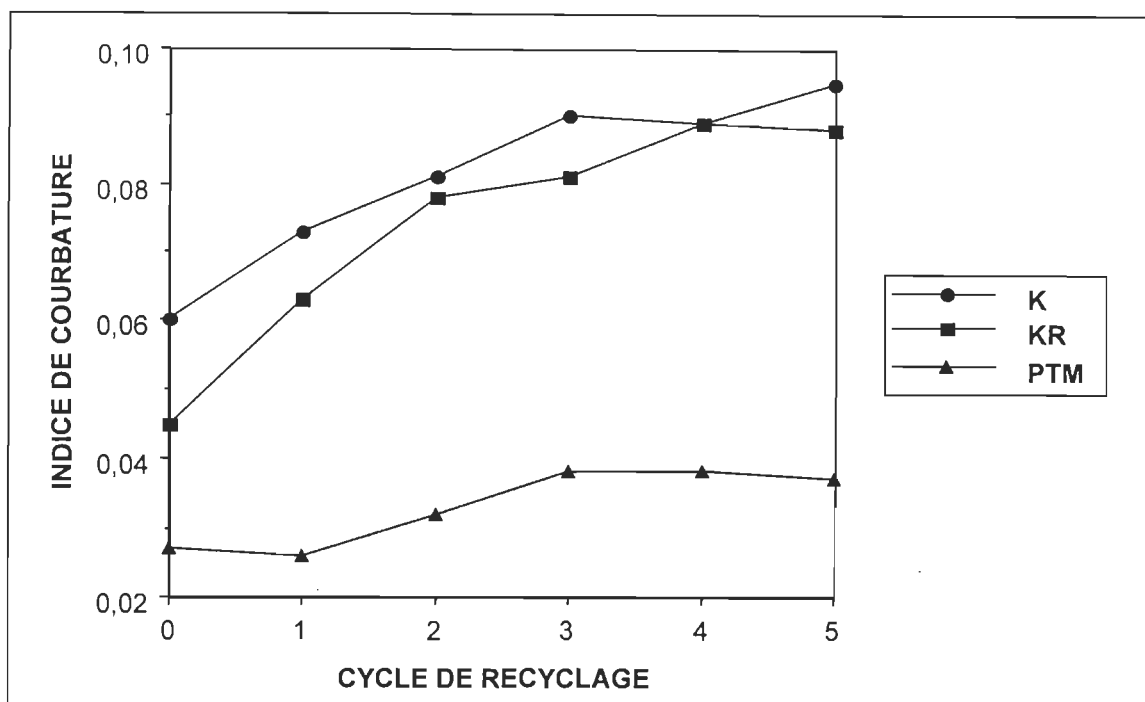


FIGURE 5.31 L'effet du recyclage multiple sur les courbatures des fibres mesurées avec OpTest.

5.2 Le recyclage du papier journal avec produits chimiques.

Les résultats de la première partie de ce travail nous indiquent que la protection contre les réactions d'oxydation, la dépolymérisation, et l'hydrolyse acide est essentielle pour l'amélioration de la performance du procédé de recyclage assisté à la vapeur et de l'apparence du papier recyclé par ce procédé. Le papier journal contient une quantité importante de pâte mécanique qui, sans l'agent protecteur de la blancheur, est affectée par le jaunissement lors du recyclage par explosion à une haute température.

L'antioxydant, soit le sulfite de sodium, devrait avoir un effet bénéfique sur la blancheur et sur les propriétés mécaniques du papier journal. La charge de sulfite de sodium sur le papier varie de 0% (-1) à 20% (1). Le silicate de

sodium est un agent tampon qui agit contre l'hydrolyse acide et pourrait servir comme agent d'anti-redéposition de l'encre ainsi que d'agent de mouillage. Le silicate de sodium est une source d'alcali; il a des propriétés tensioactives et de détergence. La charge proposée pour le silicate de sodium varie, dans notre étude, de 0% (-1) à 5% (1). Le silicate de sodium fut aussi proposé pour l'encre difficilement décrochable [54]. Le procédé utilisé est essentiellement un procédé thermomécanique; la température et le temps de traitement en sont les facteurs primordiaux et ils sont également inclus dans le plan des expériences.

La deuxième étape avait donc pour but l'étude du recyclage et l'effet des conditions opérationnelles sur le désencrage du vieux papier journal en variant la température, le temps de traitement, les concentrations de sulfite de sodium et de silicate de sodium ainsi que les différents rapports solution/papier. Les expériences furent effectuées selon le plan composé central (Box-Wilson) pour cinq facteurs avec trois expériences au centre. Le papier journal imprimé par offset fut choisi pour le recyclage parce qu'il représente la plus grande source de fibres pour le recyclage, du point de vue de la quantité imprimée.

Le recyclage assisté à la vapeur est en mesure de recycler le papier avec succès dans presque toutes les conditions du plan expérimental. Les deux cas où le papier ne fut pas défibré entièrement furent les deux expériences de la partie «d'étoile» des expériences Nos 35 et 37. On estime que les causes en seraient la température basse de 150 °C et le rapport papier/solution bas de 50/50. La pression de la vapeur saturée à 150 °C n'atteint que 4 atm., ce qui n'est pas suffisant pour rompre les liens entre les fibres lors de la décharge de la pression et de l'impact consécutif du papier contre la paroi du réservoir. L'efficacité du procédé, regardant la défibration complète du papier journal, est

assurée à une température de 165 °C ou à une température plus élevée. L'expérience No. 37 fut effectuée avec le rapport papier/solution 50/50. On estime que l'eau agit comme le milieu où l'encre doit être dispersée; il faut donc suffisamment de vapeur et d'eau pour bien mouiller le papier. Le rapport papier/solution plus élevé donne à l'échantillon un poids plus lourd, ce qui entraîne aussi un impact plus élevé du papier contre la paroi du réservoir de décharge.

5.2.1 Le rendement du papier journal après le traitement à la vapeur.

Le rendement du papier recyclé est montré au tableau 5.2 et dans les figures 5.32, 5.33, et 5.34. Puisque nous avons cinq facteurs, les trois facteurs restants dans chaque figure sont fixés au centre du plan factoriel, c'est-à-dire à 0, ou respectivement en valeurs réelles de 3,5 min.; 175 °C; 2,5/1; 10% de Na_2SO_3 et 2,5% de Na_2SiO_3 . Toutes les figures sont présentées avec les valeurs réelles.

Le rendement après la cuisson varie de 93,2 jusqu'à 98,5% et la valeur moyenne est de 96,2%. La différence entre le rendement le plus bas et le rendement le plus haut n'est que de 5,3%. Cela a aussi un effet sur le coefficient de corrélation relativement bas, qui n'est que de 62,5%. Malgré cela, on trouve les mêmes résultats pour les facteurs du temps et de la température que ceux de l'étude sans produit chimique [54]. En augmentant le temps de traitement et la température, le rendement diminue. La perte de la matière constatée lors du traitement à la vapeur saturée à la température de 200 °C et avec un temps de 7 minutes se situe à 6%, tandis qu'à température basse et avec un temps court, la perte n'est que de 2%.

Le facteur quadratique du rapport solution/papier a un effet significatif sur le rendement. Le rendement atteint son maximum au centre du plan factoriel. On suppose qu'en présence de peu d'eau, les acides formés par l'hydrolyse du papier sont plus concentrés et accélèrent ainsi la diminution du rendement. L'augmentation de la charge du Na_2SO_3 , sans le Na_2SiO_3 , diminue le rendement après la cuisson. Par contre, l'ajout du silicate de sodium semble protéger le rendement.

La perte de rendement pendant le lavage varie de 13,8 à 16,2% seulement et cela parce que l'on utilisa les mêmes conditions de lavage pour toutes les expériences. La valeur moyenne s'élève à 14,7%. Le coefficient de corrélation est de 55,3% et l'ANOVA ne révèle pas de facteur significatif à considérer. La perte lors du lavage est constituée de la perte de fibres courtes et d'encre. La perte totale, soit la perte lors du lavage plus la perte lors de la cuisson, s'élève jusqu'à 20% pour le papier journal. La perte aurait pu être plus élevée en utilisant le papier de revues, qui contient une quantité importante de charge minérale dans la masse et dans la couche.

Le pH initial de la solution d'imprégnation ajoutée (voir le tableau 5.2) varie de 10 jusqu'à 10,6. Cette valeur est davantage influencée par l'ajout du silicate de sodium, qui est plus alcalin que le sulfite de sodium. Le pH final, c'est-à-dire après la cuisson, varie de 5,4 jusqu'à 7,9. La concentration basse des produits chimiques cause une diminution du pH au-dessous de la valeur neutre. Le pH de la majeure partie des expériences se trouve dans la région neutre, c'est-à-dire entre les valeurs de 6 et 8. L'objectif de garder le pH neutre vise à empêcher l'hydrolyse acide et le noircissement alcalin. Ce dernier peut aussi survenir dans les expériences ayant une charge de silicate élevée ou, par

TABLEAU 5.2 Le pH des solutions, le rendement et la blancheur du matelas fibreux.

| No. | pH de la solution ajoutée | pH après la cuisson | Rendement après la cuisson (%) | Perte pendant le lavage (%) | Blancheur du matelas fibreux (% MgO) |
|-----|---------------------------|---------------------|--------------------------------|-----------------------------|--------------------------------------|
| 1 | 10,31 | 7,00 | 96,28 | 14,8 | 45,84 |
| 2 | 10,31 | 6,66 | 97,78 | 15,4 | 45,55 |
| 3 | 10,31 | 6,76 | 96,48 | 15,2 | 46,01 |
| 4 | 10,31 | 5,39 | 94,35 | 14,8 | 44,20 |
| 5 | 10,14 | 7,17 | 96,65 | 14,4 | 45,97 |
| 6 | 10,14 | 7,19 | 96,10 | 14,2 | 43,92 |
| 7 | 10,14 | 7,31 | 96,83 | 14,0 | 46,05 |
| 8 | 10,14 | 7,02 | 95,05 | 14,2 | 46,30 |
| 9 | 10,31 | 7,47 | 96,55 | 13,8 | 45,90 |
| 10 | 10,31 | 7,17 | 96,73 | 14,4 | 46,14 |
| 11 | 10,31 | 7,09 | 94,85 | 14,8 | 44,26 |
| 12 | 10,31 | 7,07 | 93,95 | 14,2 | 43,31 |
| 13 | 10,21 | 7,50 | 97,40 | 15,0 | 46,76 |
| 14 | 10,21 | 6,80 | 95,85 | 14,4 | 46,00 |
| 15 | 10,21 | 7,36 | 95,63 | 15,2 | 46,24 |
| 16 | 10,21 | 7,28 | 94,43 | 15,4 | 43,61 |
| 17 | 10,58 | 7,30 | 94,43 | 14,4 | 46,34 |
| 18 | 10,58 | 7,06 | 95,03 | 14,0 | 46,22 |
| 19 | 10,58 | 7,15 | 93,48 | 14,0 | 46,92 |
| 20 | 10,58 | 6,83 | 97,23 | 15,0 | 45,77 |
| 21 | 10,45 | 7,88 | 97,55 | 14,8 | 45,18 |
| 22 | 10,45 | 7,56 | 96,58 | 14,0 | 47,09 |
| 23 | 10,45 | 7,57 | 97,78 | 14,8 | 43,62 |
| 24 | 10,45 | 7,46 | 95,40 | 14,8 | 45,01 |
| 25 | 10,50 | 7,66 | 97,20 | 14,6 | 46,81 |
| 26 | 10,50 | 7,62 | 97,38 | 14,8 | 47,77 |
| 27 | 10,50 | 7,62 | 96,63 | 15,2 | 42,19 |
| 28 | 10,50 | 7,53 | 93,70 | 16,0 | 43,45 |
| 29 | 10,42 | 7,76 | 96,88 | 15,6 | 45,10 |
| 30 | 10,42 | 7,70 | 95,48 | 15,2 | 46,17 |
| 31 | 10,42 | 7,81 | 97,68 | 15,4 | 46,69 |
| 32 | 10,42 | 7,66 | 96,48 | 16,2 | 46,56 |
| 33 | 10,38 | 7,79 | 96,80 | 14,8 | 45,85 |
| 34 | 10,38 | 7,21 | 96,95 | 13,8 | 46,96 |
| 35 | 10,38 | 7,84 | 97,25 | 14,4 | 46,95 |
| 36 | 10,38 | 7,37 | 96,35 | 14,8 | 47,50 |
| 37 | 10,58 | 7,53 | 93,18 | 14,0 | 45,72 |
| 38 | 10,27 | 7,76 | 94,35 | 14,4 | 46,10 |
| 39 | 10,48 | 5,87 | 96,65 | 15,2 | 44,00 |
| 40 | 10,36 | 7,30 | 98,50 | 14,0 | 47,27 |
| 41 | 9,99 | 7,03 | 96,83 | 14,6 | 48,95 |
| 42 | 10,60 | 7,70 | 97,45 | 15,2 | 48,84 |
| 43 | 10,38 | 6,93 | 94,70 | 15,2 | 48,37 |
| 44 | 10,38 | 7,17 | 95,83 | 14,4 | 48,06 |
| 45 | 10,38 | 7,15 | 98,13 | 14,6 | 47,24 |

exemple, en présence de l'hydroxyde de sodium. Le noircissement alcalin cause la détérioration de la blancheur en créant des groupes chromophores sur la lignine.

Dans la figure 5.35, on constate la diminution du pH jusqu'à la valeur neutre lorsque le temps et la température augmentent. Une trouvaille intéressante est montrée dans la figure 5.36; sans la présence du sulfite de sodium, le rapport solution/papier bas mène au pH acide. La raison en est qu'en ajoutant peu d'eau, les acides formées par autohydrolyse à une haute température sont plus concentrées. Comme le montre la figure 5.37, pour la température de 175 °C et le temps de traitement de 3,5 minutes, sans la présence de produits chimiques le pH tombe dans la région acide.

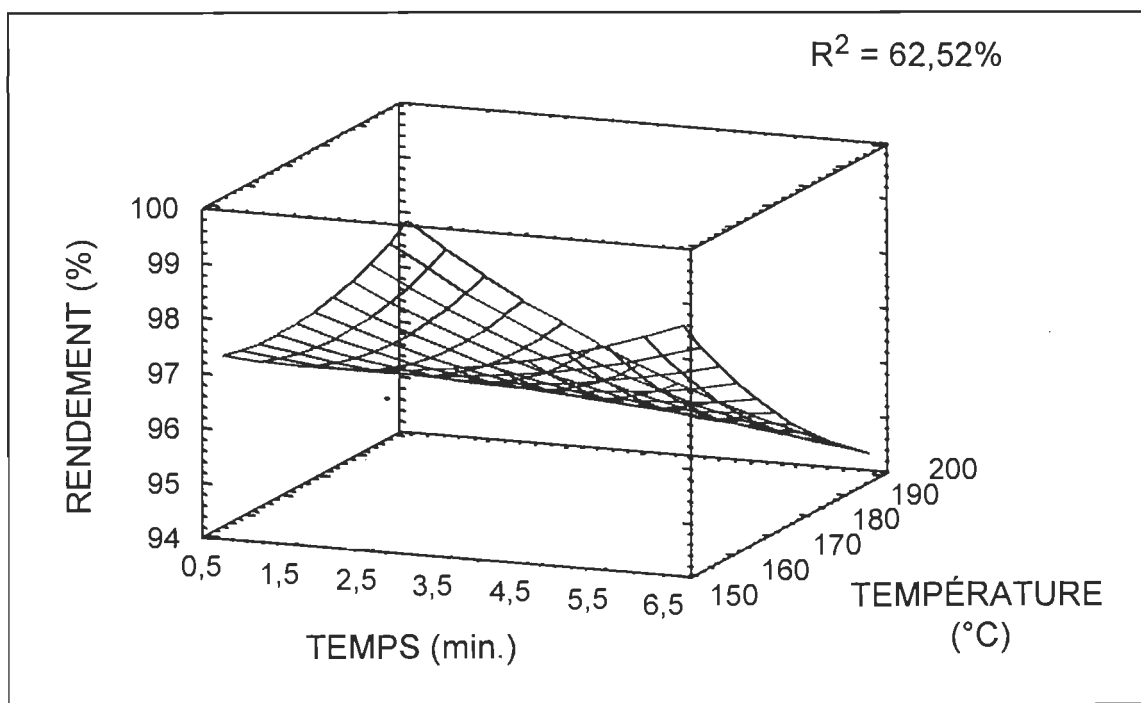


FIGURE 5.32 L'influence du temps et de la température sur le rendement après la cuisson.

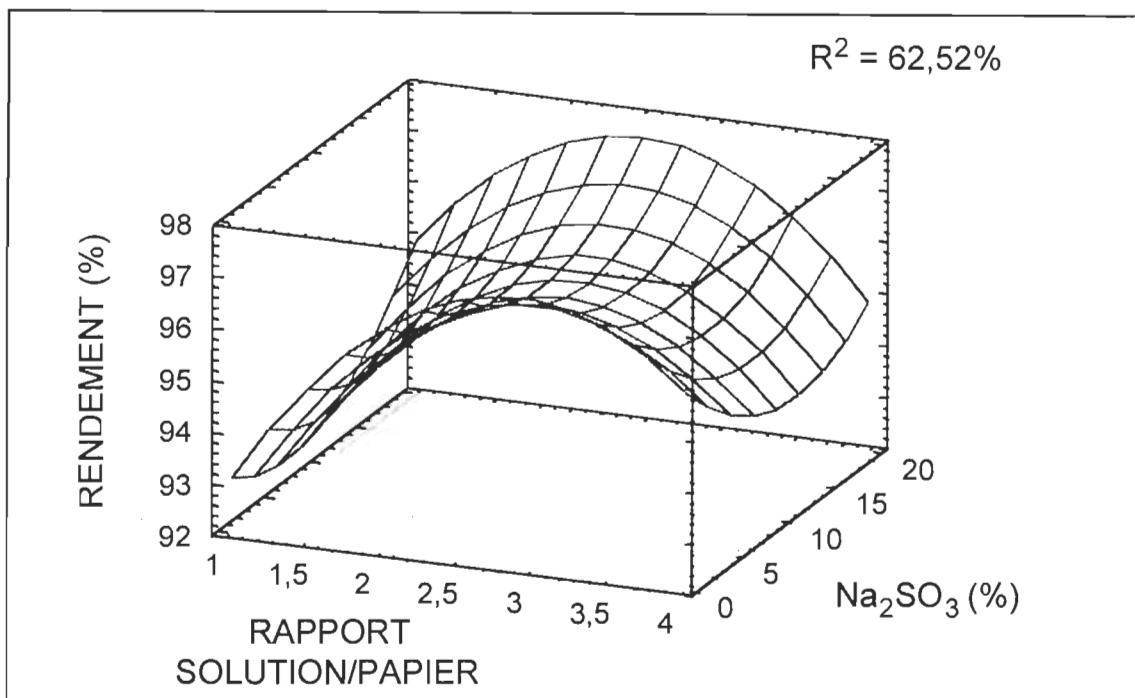


FIGURE 5.33 L'influence du rapport solution/papier et du sulfite de sodium sur le rendement après la cuisson.

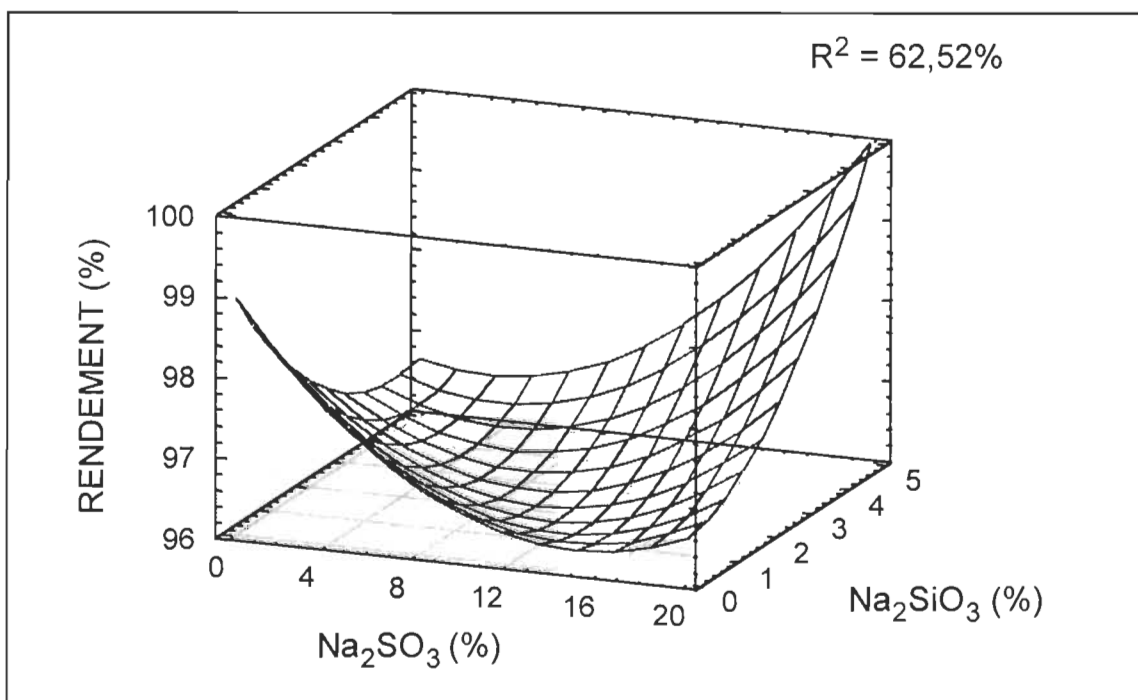


FIGURE 5.34 L'influence du sulfite de sodium et du silicate de sodium sur le rendement.

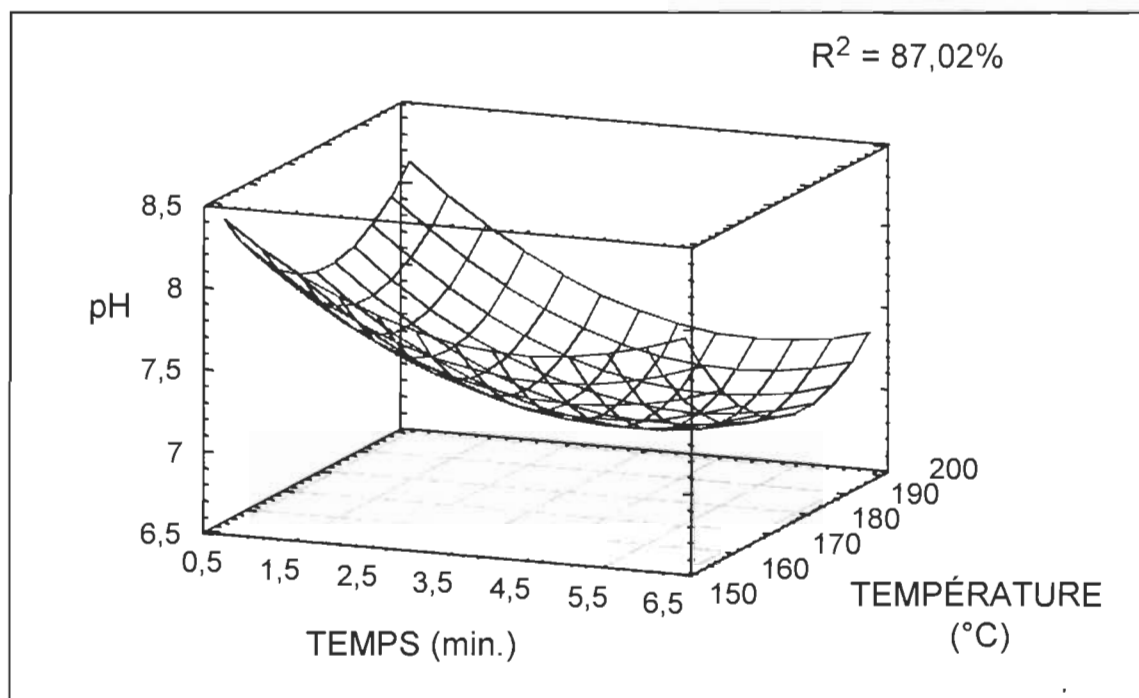


FIGURE 5.35 L'influence du temps et de la température sur le pH après la cuisson.

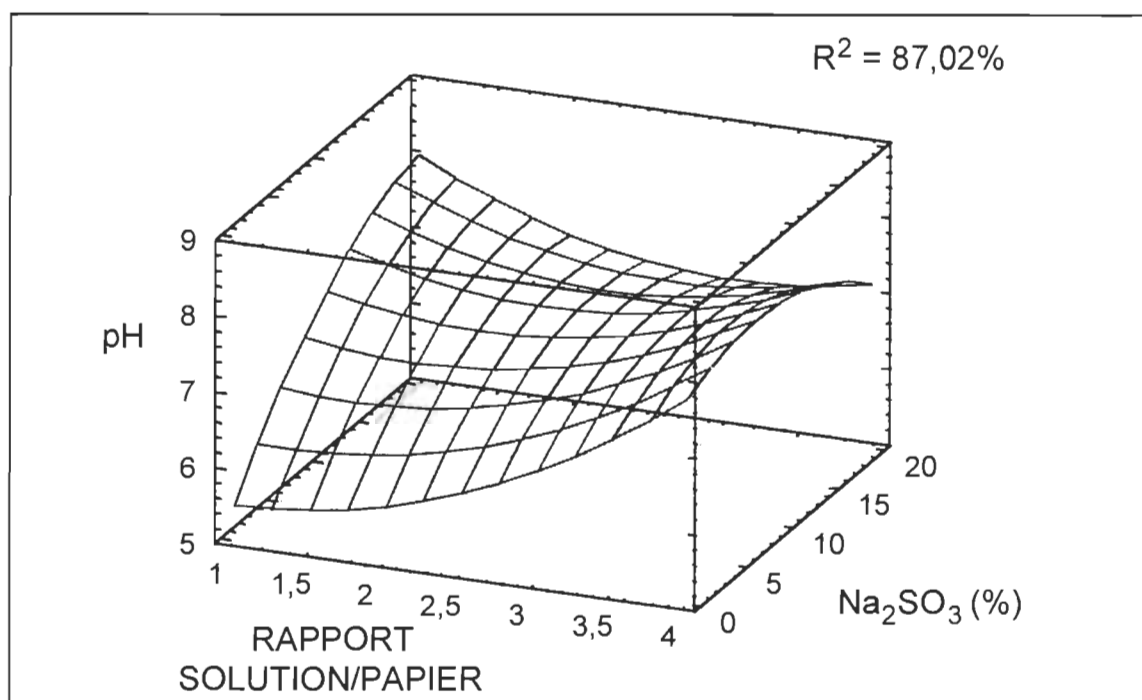


FIGURE 5.36 L'influence du rapport solution/papier et du sulfite de sodium sur le pH après la cuisson.

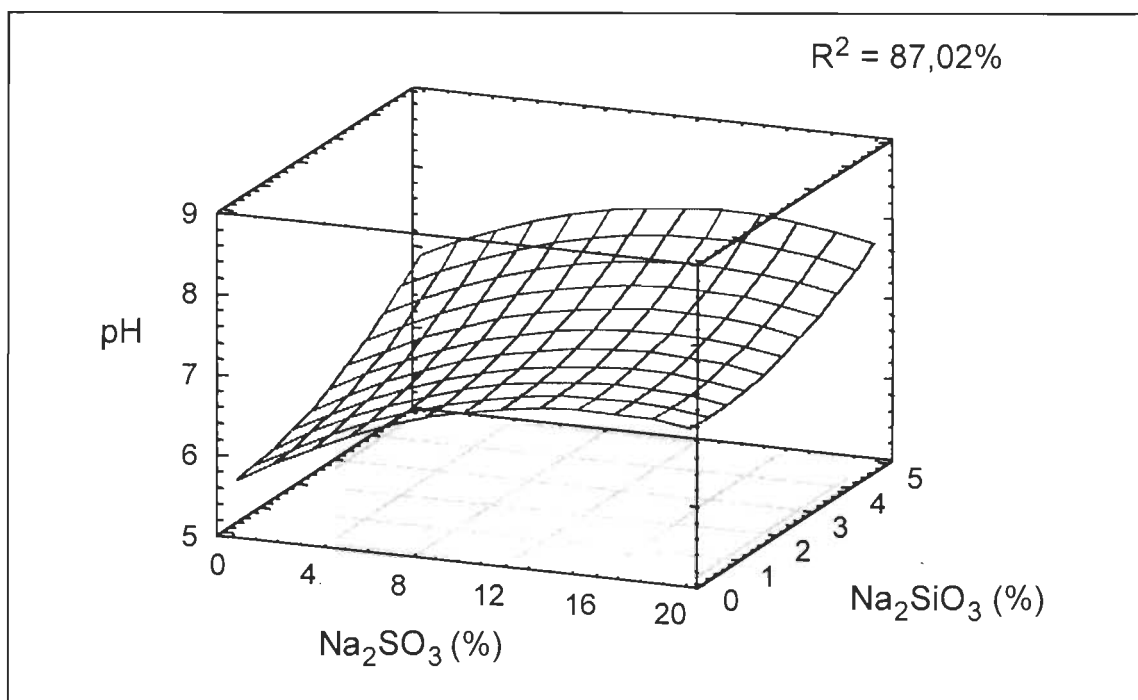


FIGURE 5.37 L'influence du sulfite de sodium et du silicate de sodium sur le pH après la cuisson.

5.2.2 Les propriétés optiques du papier journal recyclé.

Les conditions du traitement, soit la température élevée, le relâchement de la pression brusque et l'impact de la matière contre la paroi du réservoir de décharge affaiblissent les liaisons entre les fibres et l'encre. Par conséquent, ces conditions devraient entraîner la dispersion de l'encre en de petites particules. Le décrochage de l'encre est ainsi essentiellement effectué par les traitements thermique, chimique et mécanique. Malgré cela, ce traitement peut aussi avoir un effet négatif sur la blancheur du papier final à cause du jaunissement.

La blancheur du matelas fibreux est indiquée dans le tableau 5.2. Cette blancheur du matelas préparé par filtration en utilisant le papier filtre nous

donne une valeur du produit tout de suite après la mise en pâte du papier journal. Le coefficient de corrélation de la surface de réponse n'est que de 48,6% et seul le facteur quadratique du sulfite de sodium est significatif. La blancheur moyenne est de 46% MgO.

Le gain de blancheur acquis par le lavage dans le flacon de drainage dynamique correspond effectivement à la différence entre la blancheur du matelas fibreux et la blancheur des feuilles de 3 g (voir le tableau 5.2). La faible corrélation de 58,9% fut influencée par la faible corrélation de blancheur des matelas fibreux. Cependant, on constate que le gain s'estompe lorsque la température et le temps de traitement augmentent, probablement à cause de l'effet négatif de la haute température. Le rapport solution/papier élevé en présence d'une charge de sulfite de sodium basse a un effet positif sur le gain de blancheur lors du lavage. Ceci est peut-être due à une bonne dispersion d'encre dans une quantité de liquide plus élevée.

La blancheur du papier journal exigée par les imprimeries est de 60% MgO. Notre but est de produire un papier qui atteigne cette exigence. La blancheur du papier journal non-imprimé utilisé dans notre expérience était de 59% MgO. La blancheur finale est montrée dans le tableau 5.3 et dans les figures 5.38, 5.39 et 5.40 pour les feuilles de 3 g préparées avec de l'eau déminéralisée et dans le tableau 5.4 pour les feuilles de 1,2 g.

L'influence du temps de traitement et de la température élevée est négative comme dans l'étude sans produit chimique [54]. La blancheur diminue de 57% jusqu'à 49% MgO lorsqu'on augmente le temps d'une demi-minute à 6,5 minutes et la température de 150 °C à 200 °C. La température élevée mène

à un jaunissement de la pâte recyclée, perceptible surtout en ce qui concerne le papier avec bois.

La lignine est la principale cause de la détérioration de la blancheur, en raison de la création des groupes chromophores. La température et le temps les plus bas procurent une meilleure blancheur, mais la température de 150 °C et la pression de la vapeur saturée ne sont pas suffisantes pour bien défibrer le papier. On propose un temps d'une demi-minute et une température de 164,5 °C. Selon le modèle généré par ordinateur, le maximum de blancheur de 58,5% MgO s'obtiendrait avec des taux de 0% de silicate de sodium et 19,7% de sulfite de sodium ainsi qu'avec un rapport solution/papier de 2,5. Le modèle a calculé une blancheur de 60% MgO, mais à la température de 150 °C.

Le rapport solution/papier optimal à une charge constante des produits chimiques est de 2,5 (voir la figure 5.39). L'encre se disperse bien dans un milieu aqueux et, de plus, une quantité d'eau suffisante aide à diluer les acides formées par l'hydrolyse du papier. L'ajout du sulfite de sodium a un effet bénéfique sur la blancheur, tandis que le silicate de sodium a tendance à détériorer la blancheur (voir la figure 5.40).

Le coefficient de la couleur bleu - jaune b^* en fonction du temps et de la température est une preuve tangible du jaunissement lors de conditions sévères de cuisson. La sévérité du procédé mène à l'oxydation des constituantes du papier et, par conséquent, à la création des chromophores (voir la figure 5.41). Le rapport solution/papier plus élevé dans la figure 5.42 devrait avoir pour raison la diminution de la concentration des acides formées par l'hydrolyse.

Lors du recyclage du papier, la présence du sulfite de sodium permet d'améliorer la blancheur et de diminuer le jaunissement de la pâte recyclée (voir la figure 5.43). La réaction de l'addition des groupes sulfoniques sur la lignine peut interrompre le système de liaisons doubles [123] et, en même temps, le sulfite, en s'oxydant au sulfate, peut protéger les fibres contre l'oxydation. Le silicate de sodium à haute charge cause le noircissement alcalin (voir la figure 5.43). Le pH de la solution ajoutée dans le papier avec 5% de silicate de sodium fut de 10,6 et atteignit la région neutre de 7,7 à la fin de la cuisson.

Le coefficient L^* luminosité, présenté dans le tableau 5.3, a une bonne corrélation avec la blancheur, ce qui facilite son explication, et le coefficient a^* de la couleur vert - rouge varie très peu.

L'opacité de la pâte recyclée est très élevée à cause de l'encre résiduelle (voir les figures 5.44, 5.45 et 5.46). Le sulfite de sodium a la plus grande influence de tous les cinq facteurs. En augmentant sa charge sur le papier, l'opacité diminue. Cet effet est causé par la diminution de diffusion de la lumière constatée dans le figure 5.49.

Le coefficient de diffusion de la lumière, qui est étroitement lié avec les propriétés mécaniques parce qu'il dépend de la surface spécifique, diminue avec le temps de traitement, la température, la charge de silicate de sodium, et surtout avec l'augmentation de la charge du sulfite de sodium (voir les figures 5.47, 5.48 et 5.49). Le rapport solution/papier semble avoir peu d'effet sur sa valeur.

La valeur de la concentration réelle de l'encre résiduelle (ERIC), exprimée en ppm, représente un indice de la teneur en encre dans le papier. Dans notre étude, seuls les deux facteurs linéaires, soit la charge du Na_2SO_3 et la charge du Na_2SiO_3 , se montrent significatifs. Le coefficient de corrélation n'est que de 54,3%. La sévérité du traitement et la température élevée semblent aboutir à la diminution de l'encre résiduelle (voir la figure 5.50) et ceci correspond bien avec les résultats déjà publiés [54]. La sévérité de la cuisson, soit une température élevée avec un temps prolongé, aide à enlever l'encre de la fibre et sa dispersion.

La figure 5.51 montre le minimum de l'encre résiduelle pour le rapport solution/papier, lequel équivaut à 2,5; ceci pourrait être la raison expliquant une meilleure blancheur, comme on peut le voir dans la figure 5.39. La présence du sulfite de sodium dans le recyclage par explosion a un effet positif sur la diminution de l'encre résiduelle, tandis que le silicate de sodium, pour sa part, augmente la présence de l'encre résiduelle (voir la figure 5.52). La taille des particules d'encre noire a un effet sur la valeur de l'ERIC. L'amélioration de la blancheur peut être obtenue surtout par l'enlèvement des petites particules d'encre.

Il faut aussi noter que l'agglomération des particules d'encre noire cause une diminution de l'absorption de l'encre et, par conséquent, l'augmentation de la blancheur.

TABLEAU 5.3 Les propriétés optiques des feuilles de 3 g de papier journal recyclé.

| No. | Blancheur (% MgO) | Écart- type | Gain de blancheur (% MgO) | L* | a* | b* |
|-----|----------------------|----------------|---------------------------------|-------|-------|-------|
| 1 | 52,93 | 1,00 | 7,09 | 80,04 | -0,34 | 4,46 |
| 2 | 52,25 | 0,58 | 6,70 | 79,83 | -0,02 | 4,81 |
| 3 | 50,43 | 0,55 | 4,42 | 79,61 | 0,07 | 6,33 |
| 4 | 47,52 | 0,49 | 3,32 | 78,84 | 0,12 | 8,13 |
| 5 | 54,67 | 0,89 | 8,70 | 80,51 | 0,06 | 3,52 |
| 6 | 54,22 | 0,85 | 10,3 | 80,38 | 0,13 | 3,75 |
| 7 | 54,05 | 0,76 | 8,00 | 80,27 | 0,06 | 3,73 |
| 8 | 53,66 | 0,88 | 7,36 | 80,63 | -0,07 | 4,75 |
| 9 | 55,06 | 0,72 | 9,16 | 80,93 | 0,14 | 3,93 |
| 10 | 54,01 | 0,75 | 7,87 | 81,54 | -0,22 | 6,01 |
| 11 | 53,22 | 0,58 | 8,96 | 81,71 | -0,40 | 7,10 |
| 12 | 51,41 | 0,68 | 8,10 | 81,34 | -0,37 | 8,31 |
| 13 | 56,24 | 0,58 | 9,48 | 81,16 | 0,09 | 3,10 |
| 14 | 55,59 | 0,63 | 9,59 | 81,03 | -0,05 | 3,52 |
| 15 | 52,99 | 0,81 | 6,75 | 80,67 | -0,26 | 5,54 |
| 16 | 52,51 | 0,74 | 8,90 | 81,04 | -0,42 | 6,68 |
| 17 | 54,30 | 0,48 | 7,96 | 80,79 | -0,07 | 4,42 |
| 18 | 53,04 | 0,66 | 6,82 | 80,65 | -0,40 | 5,45 |
| 19 | 52,70 | 0,75 | 5,78 | 80,65 | -0,36 | 5,81 |
| 20 | 49,56 | 0,95 | 3,79 | 79,42 | -0,41 | 6,96 |
| 21 | 53,27 | 0,81 | 8,09 | 80,03 | -0,24 | 4,08 |
| 22 | 53,60 | 0,77 | 6,51 | 80,26 | -0,20 | 4,16 |
| 23 | 53,19 | 0,96 | 9,57 | 80,21 | -0,38 | 4,48 |
| 24 | 52,36 | 1,07 | 7,35 | 80,22 | -0,41 | 5,34 |
| 25 | 53,56 | 0,85 | 6,75 | 81,12 | -0,26 | 5,72 |
| 26 | 52,27 | 0,72 | 4,50 | 81,38 | -0,22 | 7,52 |
| 27 | 51,41 | 1,09 | 9,22 | 81,34 | -0,44 | 8,34 |
| 28 | 48,67 | 1,22 | 5,22 | 81,82 | -0,03 | 12,11 |
| 29 | 53,82 | 1,01 | 8,72 | 80,71 | -0,34 | 4,73 |
| 30 | 53,13 | 0,83 | 6,96 | 80,95 | -0,24 | 5,84 |
| 31 | 53,30 | 0,99 | 6,61 | 81,02 | -0,53 | 5,81 |
| 32 | 51,22 | 1,18 | 4,66 | 81,00 | -0,57 | 7,96 |
| 33 | 54,47 | 1,22 | 8,62 | 80,45 | -0,00 | 3,60 |
| 34 | 51,57 | 1,17 | 4,61 | 80,62 | -0,44 | 6,91 |
| 35 | 54,20 | 1,08 | 7,25 | 80,86 | -0,07 | 3,54 |
| 36 | 51,47 | 1,18 | 3,97 | 80,69 | -0,31 | 7,13 |
| 37 | 47,32 | 1,05 | 1,60 | 78,97 | -0,38 | 8,55 |
| 38 | 52,93 | 1,08 | 6,83 | 80,45 | -0,46 | 5,17 |
| 39 | 48,28 | 0,70 | 4,28 | 78,73 | -0,28 | 7,14 |
| 40 | 51,91 | 1,48 | 4,64 | 80,77 | -0,56 | 6,81 |
| 41 | 52,38 | 1,19 | 3,43 | 80,41 | -0,34 | 5,70 |
| 42 | 53,49 | 0,56 | 4,65 | 81,12 | -0,26 | 5,82 |
| 43 | 52,91 | 1,26 | 4,54 | 80,68 | -0,52 | 5,62 |
| 44 | 52,57 | 1,11 | 4,51 | 80,89 | -0,57 | 6,34 |
| 45 | 52,65 | 1,24 | 5,41 | 80,97 | -0,51 | 6,39 |

TABLEAU 5.4 Les propriétés optiques des feuilles de 1,2 g de papier journal recyclé.

| No. | Blancheur (% MgO) | Écart- type | Opacité ISO (%) | Écart- type | Coef. de diff. de la lumière (cm ² /g) | ERIC (ppm) |
|-----|----------------------|----------------|--------------------|----------------|---|------------|
| 1 | 51,93 | 0,76 | 97,76 | 1,48 | 465,6 | 244,33 |
| 2 | 51,33 | 0,57 | 97,81 | 1,22 | 466,0 | 192,24 |
| 3 | 49,49 | 0,55 | 97,85 | 1,56 | 453,1 | 191,48 |
| 4 | 46,95 | 0,49 | 98,06 | 1,27 | 459,5 | 196,14 |
| 5 | 53,79 | 0,63 | 97,47 | 1,24 | 466,9 | 193,41 |
| 6 | 53,47 | 0,66 | 97,72 | 1,36 | 471,3 | 180,21 |
| 7 | 53,00 | 0,71 | 97,74 | 0,98 | 469,8 | 186,96 |
| 8 | 52,80 | 0,64 | 97,33 | 1,65 | 462,9 | 180,56 |
| 9 | 53,89 | 0,45 | 96,65 | 0,83 | 433,6 | 153,69 |
| 10 | 53,19 | 0,50 | 95,85 | 0,98 | 421,9 | 151,18 |
| 11 | 50,90 | 0,71 | 96,29 | 1,36 | 414,1 | 167,86 |
| 12 | 49,97 | 0,52 | 96,17 | 1,71 | 415,2 | 163,30 |
| 13 | 53,94 | 0,79 | 96,88 | 0,70 | 438,1 | 172,60 |
| 14 | 54,01 | 0,62 | 96,78 | 1,21 | 434,6 | 159,22 |
| 15 | 53,15 | 0,70 | 96,57 | 0,94 | 433,1 | 164,98 |
| 16 | 52,14 | 0,75 | 96,49 | 1,19 | 436,3 | 158,22 |
| 17 | 53,02 | 0,52 | 96,97 | 0,98 | 437,5 | 170,54 |
| 18 | 51,85 | 0,49 | 97,21 | 1,11 | 457,8 | 181,67 |
| 19 | 51,39 | 0,56 | 97,07 | 1,37 | 441,9 | 193,26 |
| 20 | 48,85 | 0,62 | 97,49 | 0,99 | 439,7 | 213,03 |
| 21 | 53,04 | 0,71 | 97,64 | 1,53 | 465,0 | 242,82 |
| 22 | 53,10 | 0,71 | 97,49 | 1,43 | 457,0 | 224,52 |
| 23 | 52,14 | 0,86 | 97,52 | 0,25 | 447,1 | 254,38 |
| 24 | 51,94 | 0,73 | 97,33 | 1,06 | 450,7 | 223,76 |
| 25 | 52,70 | 0,62 | 96,51 | 1,73 | 410,3 | 183,42 |
| 26 | 52,51 | 0,54 | 96,16 | 1,18 | 401,4 | 173,10 |
| 27 | 50,95 | 0,88 | 95,72 | 2,18 | 383,9 | 214,41 |
| 28 | 48,31 | 0,98 | 94,42 | 2,30 | 355,3 | 202,31 |
| 29 | 53,52 | 0,72 | 96,74 | 1,54 | 414,8 | 219,95 |
| 30 | 53,42 | 0,63 | 96,54 | 1,61 | 420,1 | 195,40 |
| 31 | 53,18 | 0,65 | 96,61 | 1,71 | 418,1 | 198,58 |
| 32 | 51,54 | 0,72 | 96,20 | 1,92 | 403,2 | 201,72 |
| 33 | 53,71 | 0,87 | 97,43 | 1,72 | 460,2 | 211,32 |
| 34 | 49,91 | 0,98 | 97,01 | 1,16 | 432,5 | 211,79 |
| 35 | 53,63 | 0,77 | 97,48 | 1,45 | 461,6 | 229,30 |
| 36 | 50,43 | 0,81 | 96,85 | 2,18 | 435,3 | 194,44 |
| 37 | 47,17 | 0,63 | 97,30 | 1,78 | 432,7 | 275,16 |
| 38 | 52,51 | 0,63 | 97,44 | 1,36 | 461,3 | 261,42 |
| 39 | 47,82 | 0,88 | 98,33 | 1,18 | 478,0 | 249,29 |
| 40 | 51,31 | 0,98 | 96,15 | 2,23 | 413,0 | 224,23 |
| 41 | 51,96 | 0,71 | 96,72 | 1,87 | 432,4 | 201,52 |
| 42 | 52,34 | 0,47 | 96,51 | 0,82 | 432,0 | 192,01 |
| 43 | 51,92 | 0,81 | 96,96 | 1,83 | 434,9 | 217,88 |
| 44 | 51,13 | 0,97 | 96,80 | 1,12 | 427,1 | 217,55 |
| 45 | 50,79 | 1,34 | 96,85 | 1,29 | 434,6 | 214,99 |

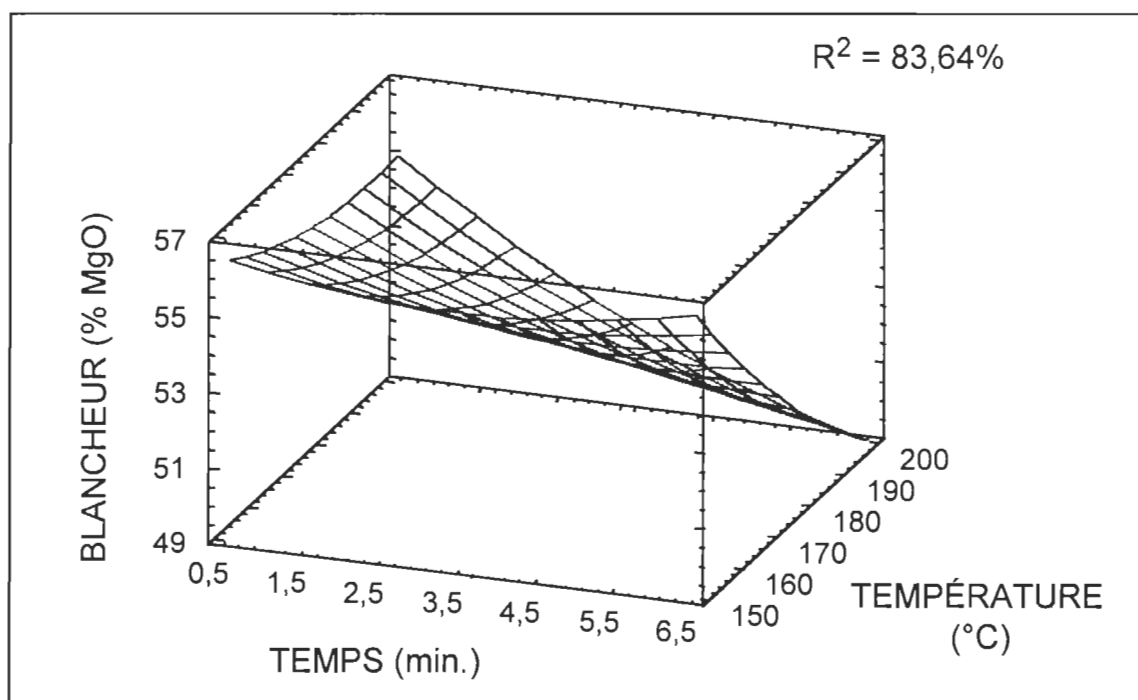


FIGURE 5.38 L'influence du temps et de la température sur la blancheur (feuilles de 3 g).

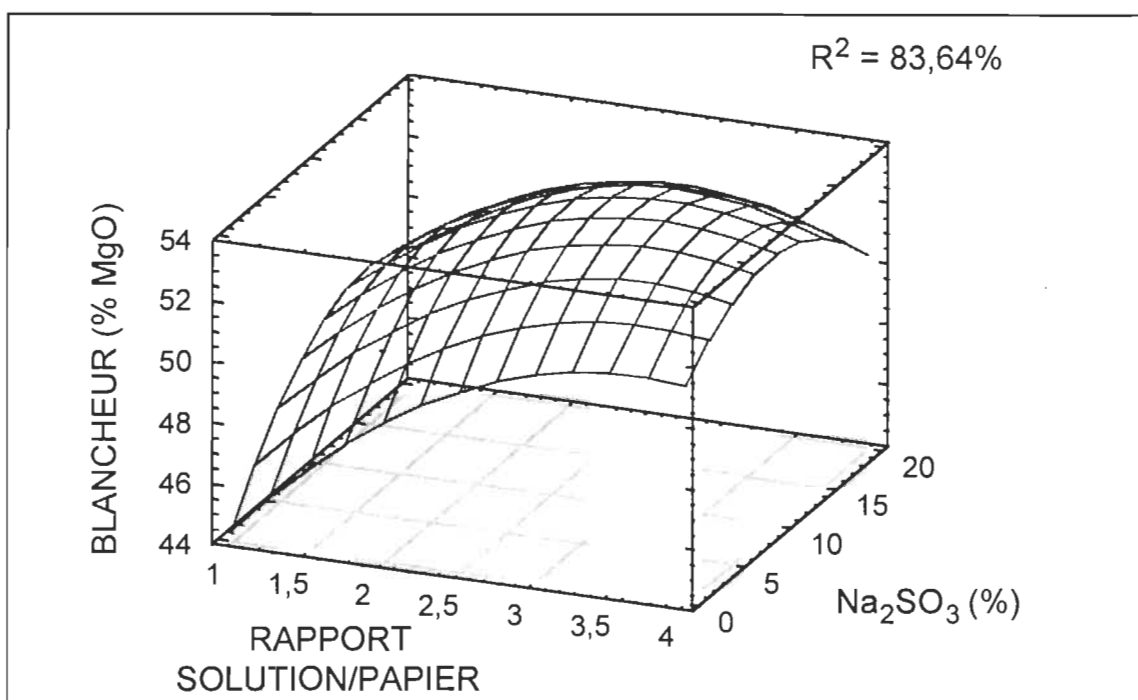


FIGURE 5.39 L'influence du rapport solution/papier et du sulfite de sodium sur la blancheur (feuilles de 3 g).

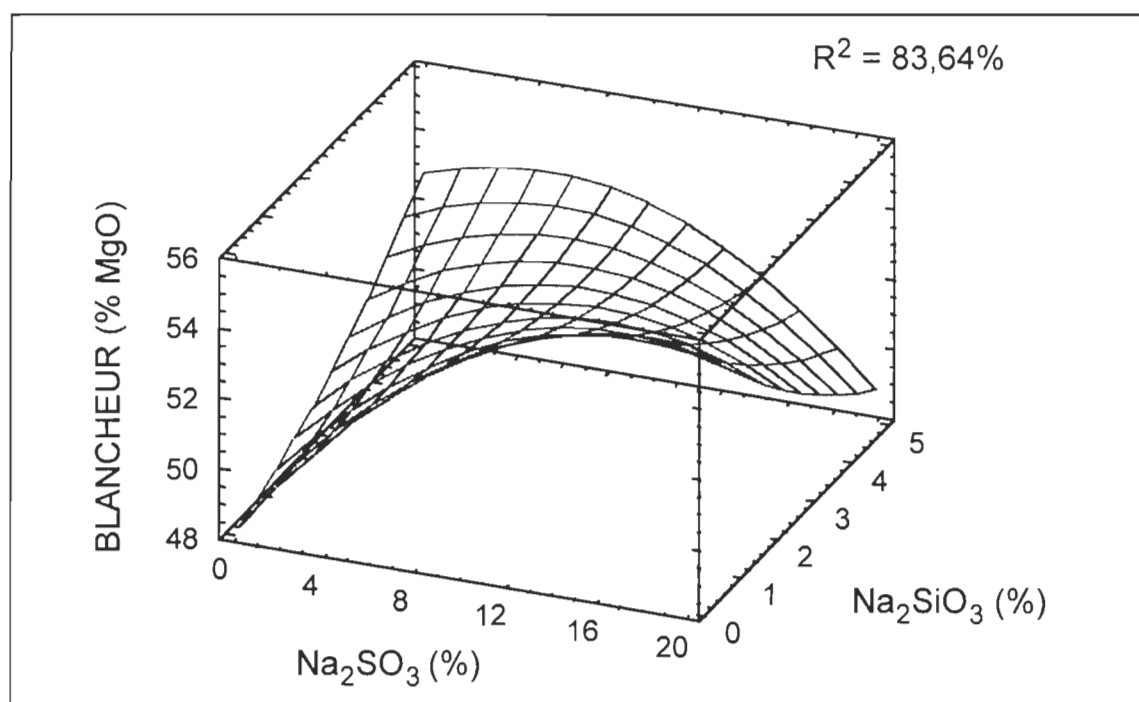


FIGURE 5.40 L'influence du sulfite de sodium et du silicate de sodium sur la blancheur (feuilles de 3 g).

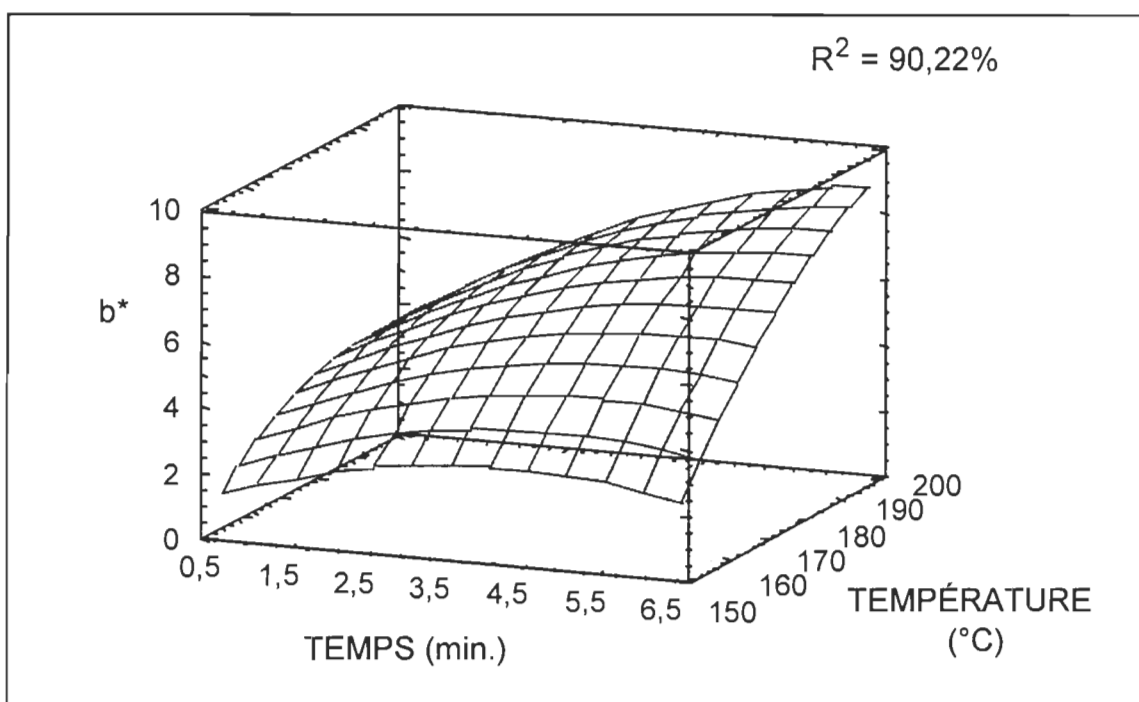


FIGURE 5.41 L'influence du temps et de la température sur la couleur du papier recyclé.

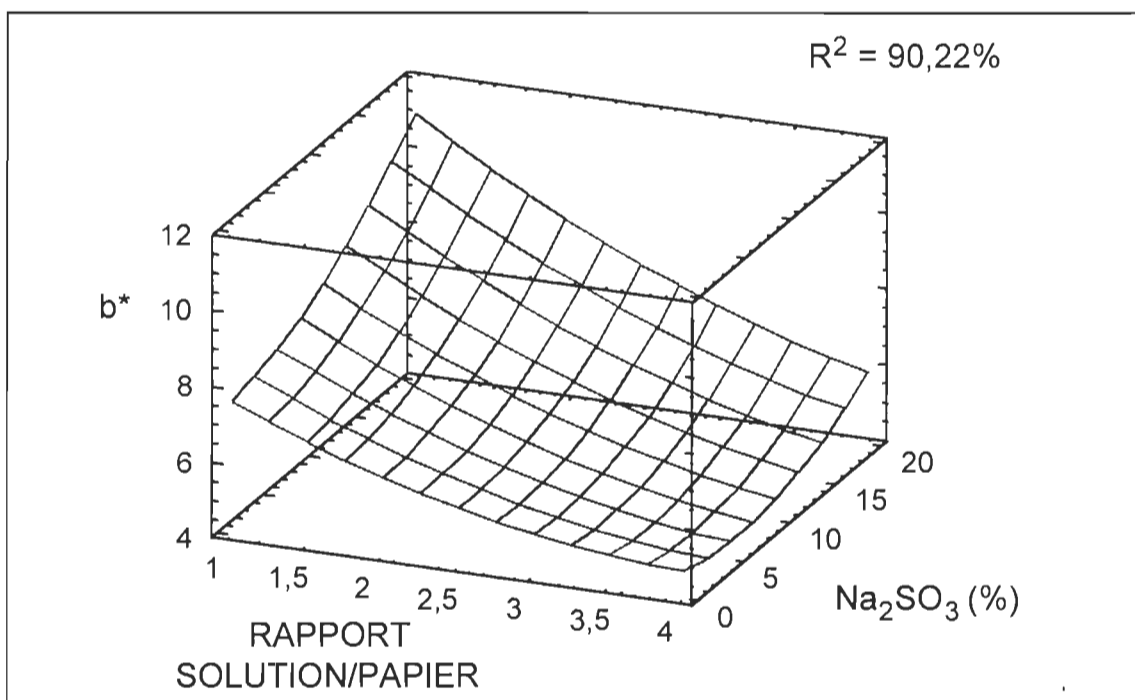


FIGURE 5.42 L'influence du rapport solution/papier et du sulfite de sodium sur la couleur du papier recyclé.

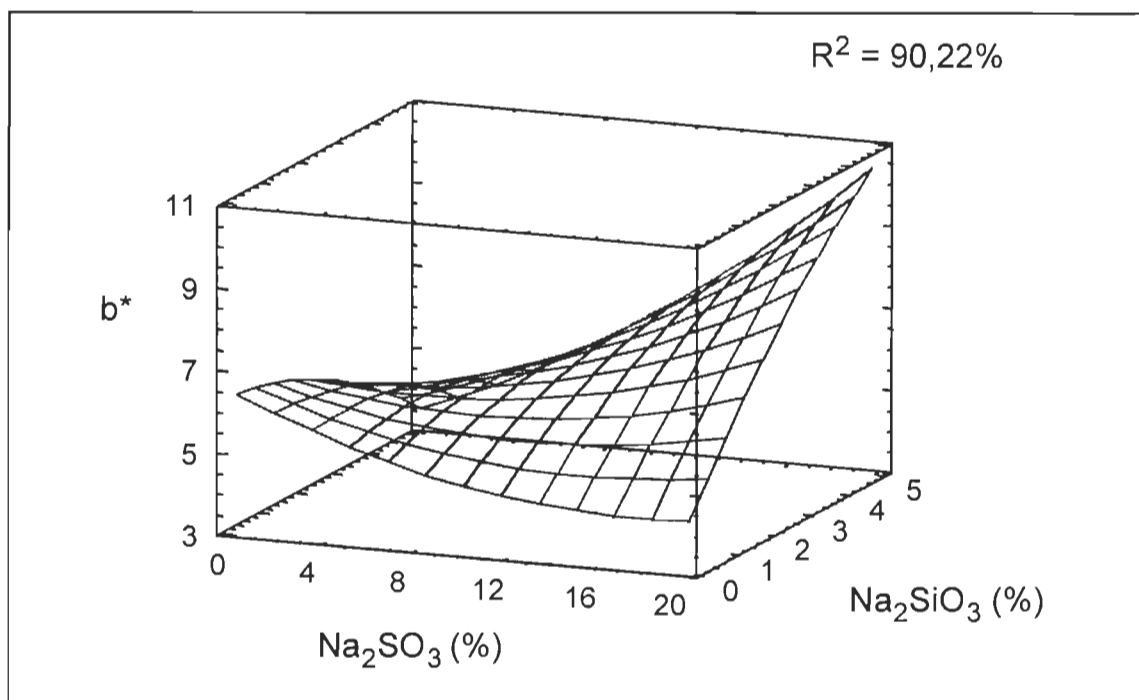


FIGURE 5.43 L'influence du sulfite de sodium et du silicate de sodium sur la couleur du papier recyclé.

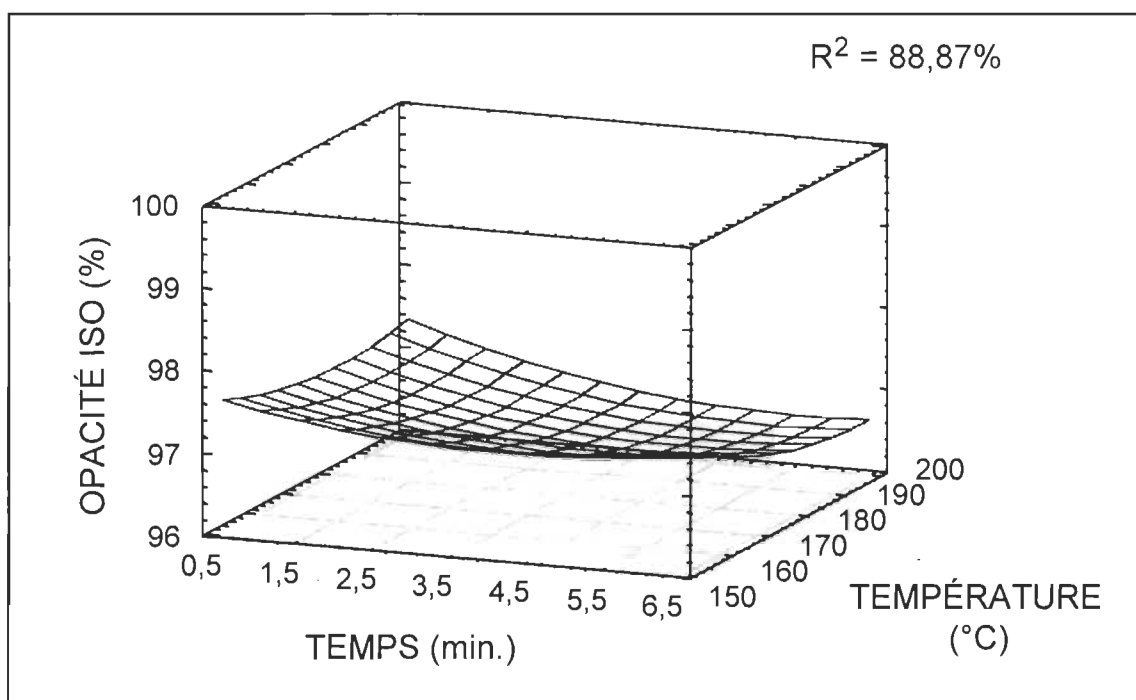


FIGURE 5.44 L'influence du temps et de la température sur l'opacité du papier recyclé.

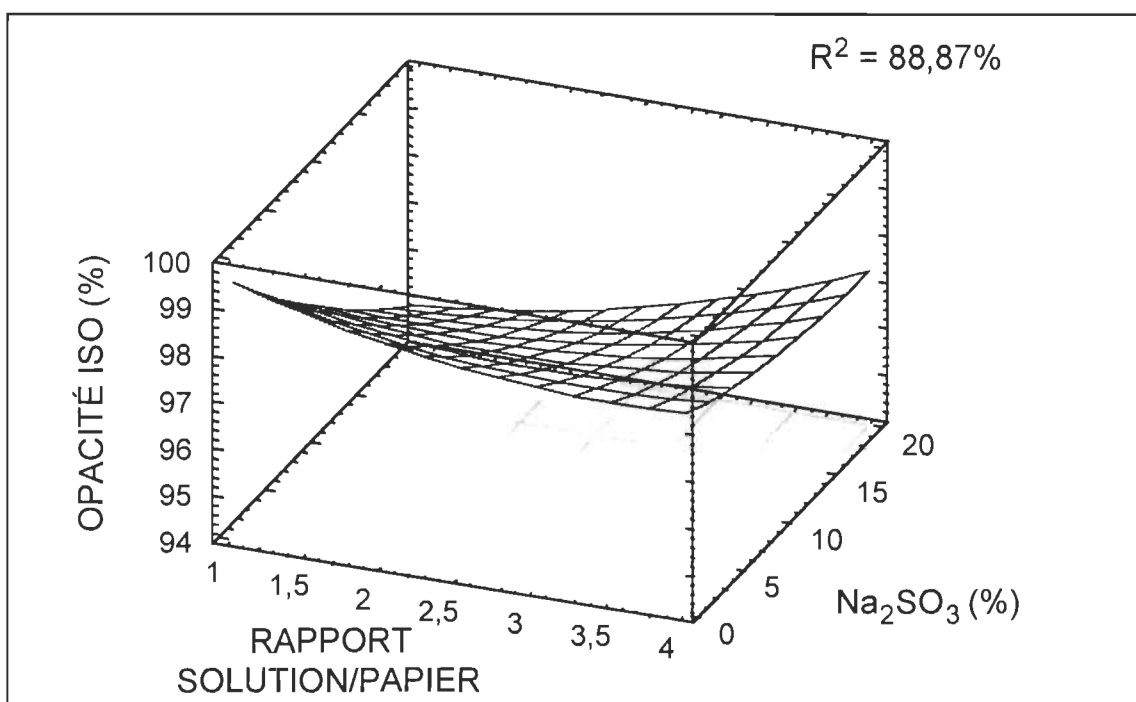


FIGURE 5.45 L'influence du rapport solution/papier et du sulfite de sodium sur l'opacité du papier recyclé.

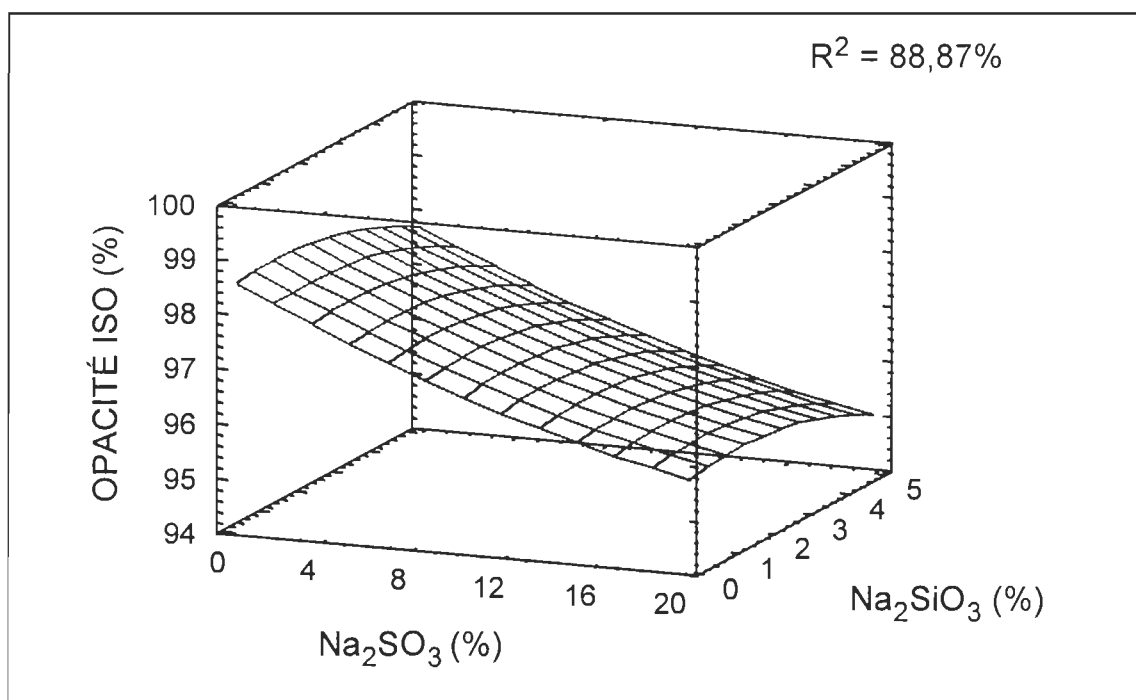


FIGURE 5.46 L'influence du sulfite de sodium et du silicate de sodium sur l'opacité du papier recyclé.

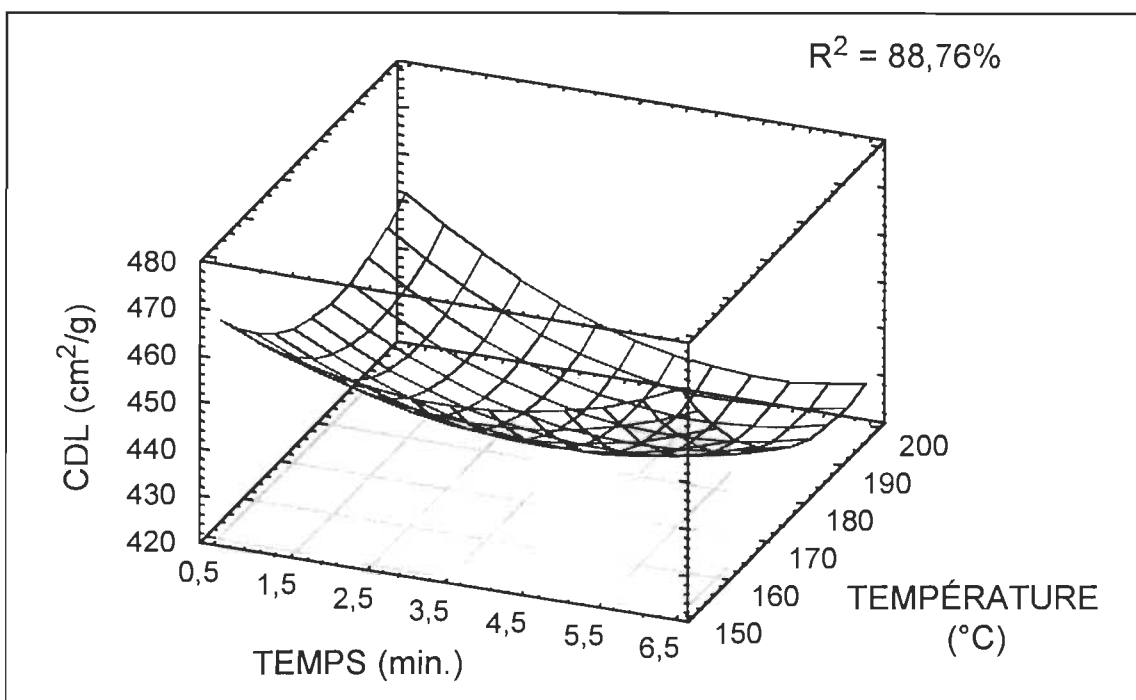


FIGURE 5.47 L'influence du temps et de la température sur le coefficient de diffusion de la lumière.

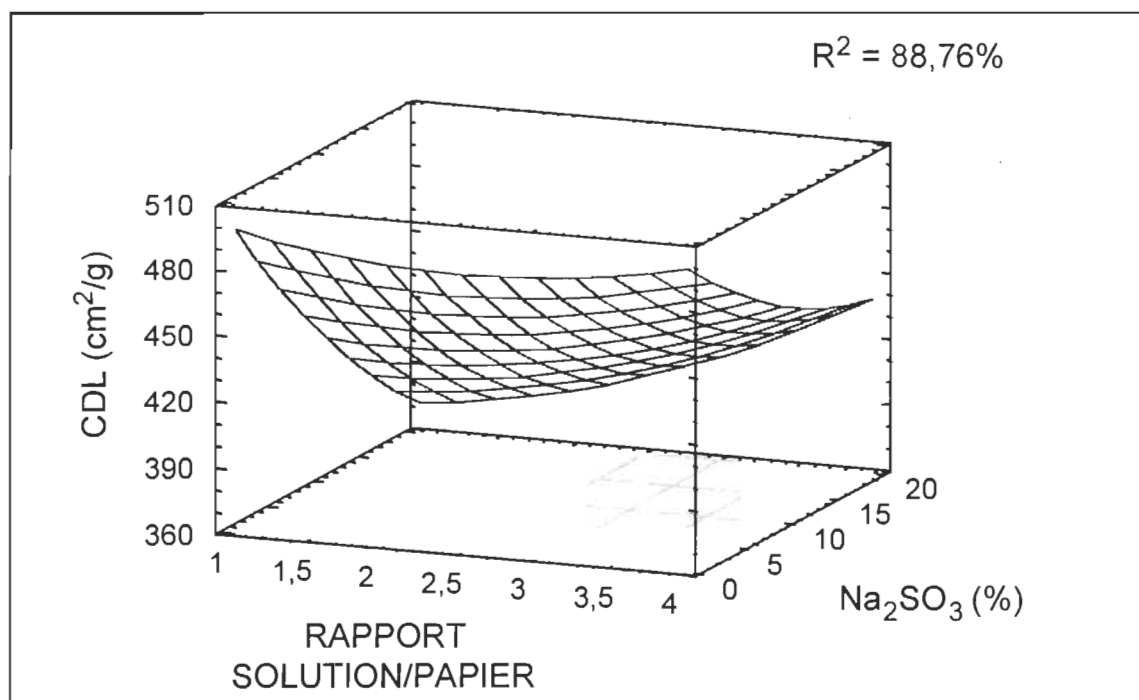


FIGURE 5.48 L'influence du rapport solution/papier et du sulfite de sodium sur le coefficient de diffusion de la lumière.

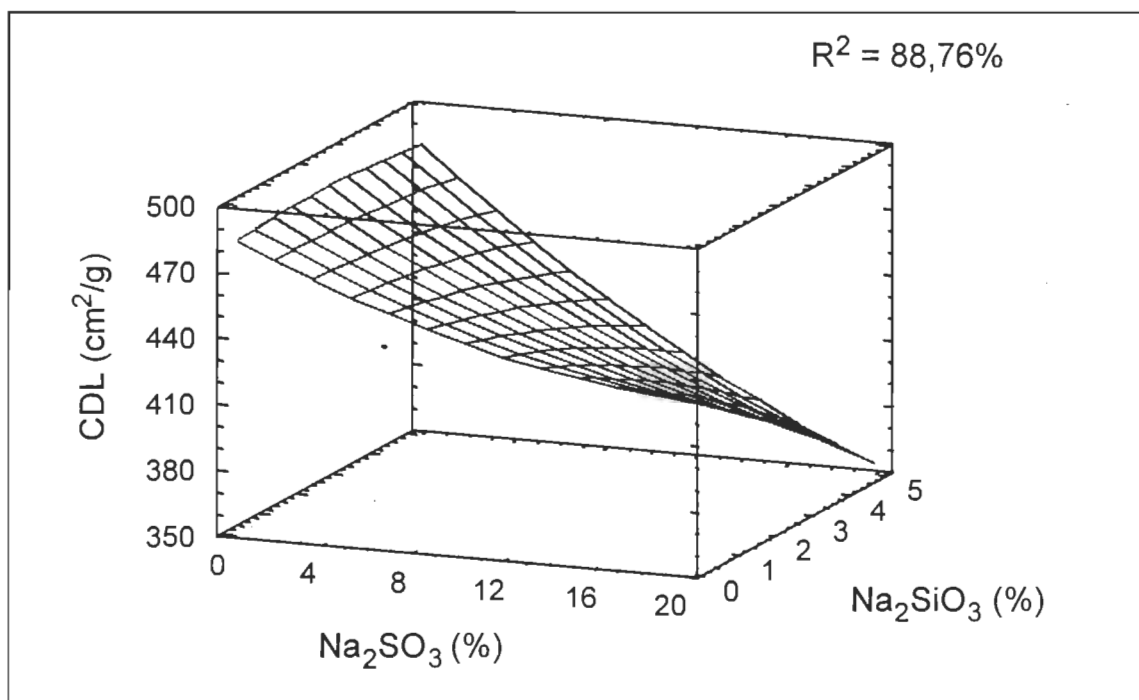


FIGURE 5.49 L'influence du sulfite de sodium et du silicate de sodium sur le coefficient de diffusion de la lumière.

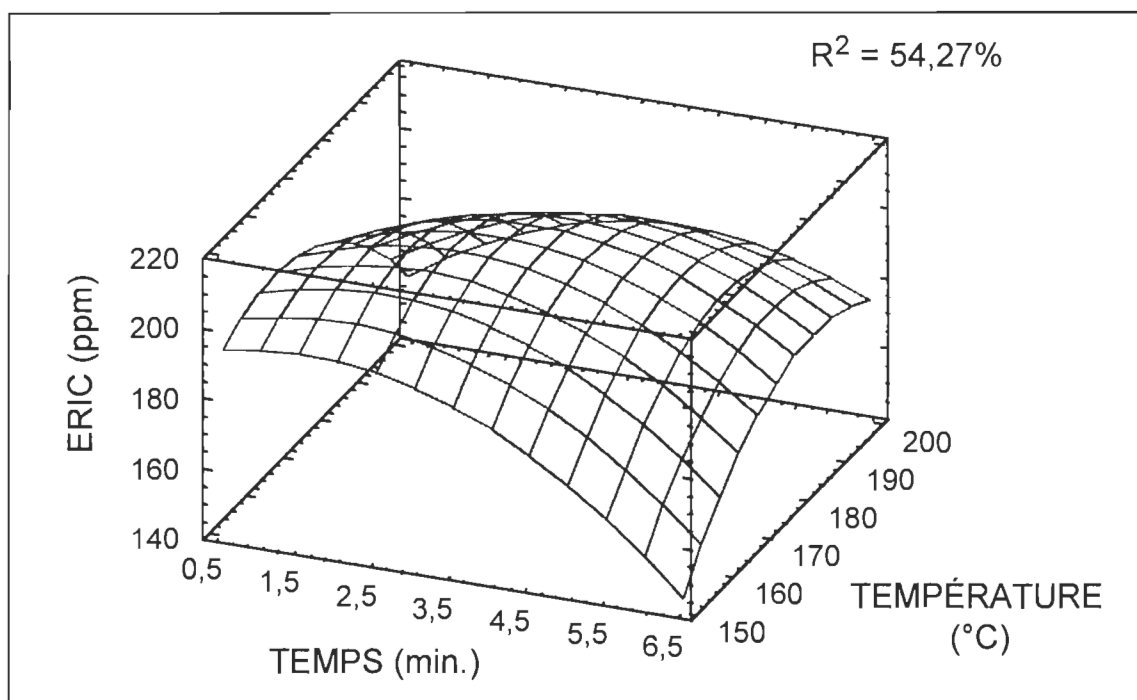


FIGURE 5.50 L'influence du temps et de la température sur la concentration réelle de l'encre résiduelle.

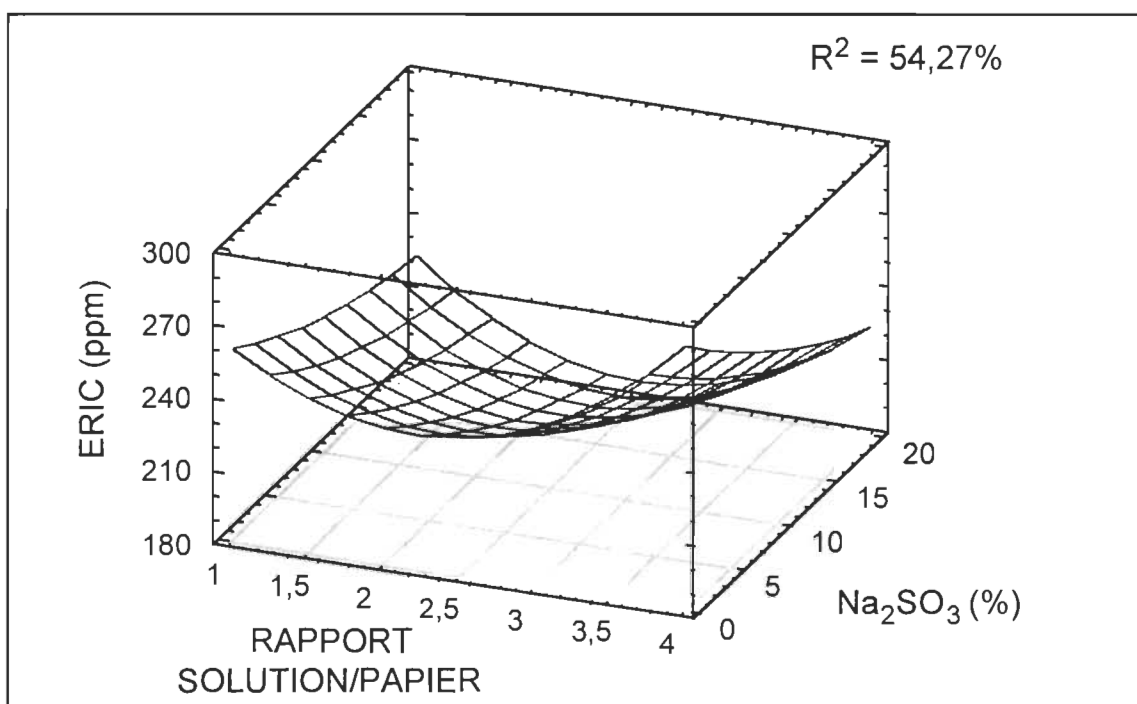


FIGURE 5.51 L'influence du rapport solution/papier et du sulfite de sodium sur la concentration réelle de l'encre résiduelle.

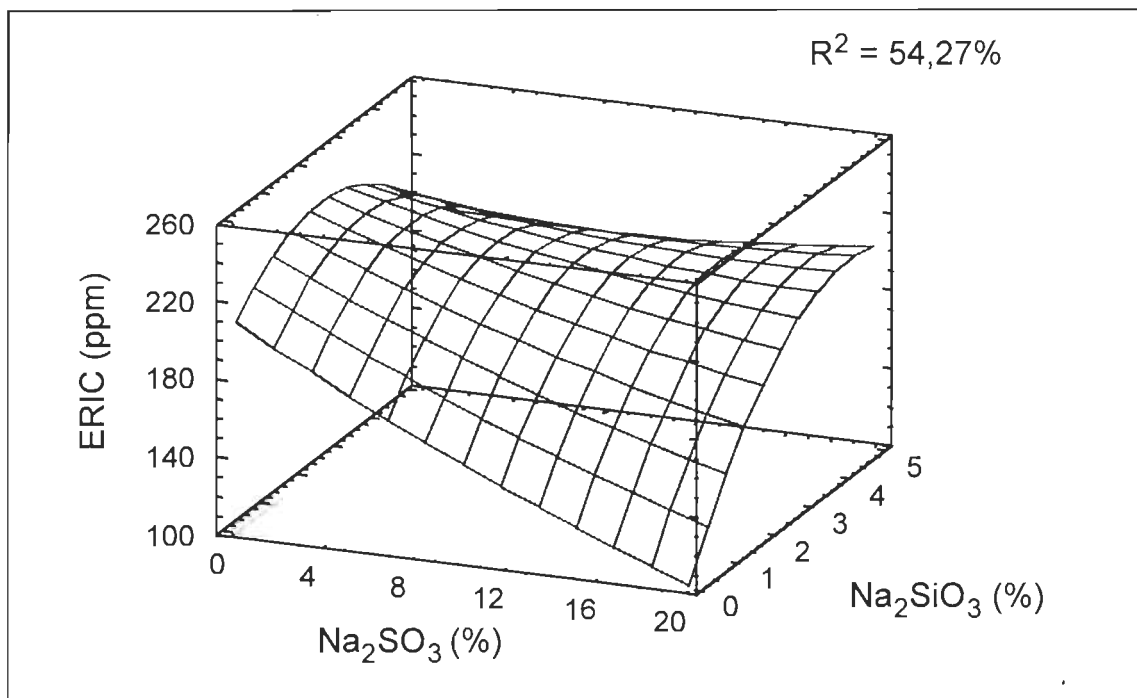


FIGURE 5.52 L'influence du sulfite de sodium et du silicate de sodium sur la concentration réelle de l'encre résiduelle.

5.2.3 Les propriétés mécaniques du papier journal recyclé.

Dans l'étude précédente, effectuée sans ajout de produits chimiques, les papiers faits de la PCTM et de la PTM ont démontré une meilleure résistance à la détérioration des propriétés mécaniques causée par le recyclage assisté à la vapeur. Le papier journal utilisé pour le recyclage contient une quantité importante de pâte à haut rendement. Ainsi le sulfite de sodium utilisé devrait améliorer les propriétés mécaniques en augmentant le contenu sulfonique des pâtes présentes dans le papier recyclé et, en même temps, agirait comme antioxydant [124].

Le silicate de sodium peut augmenter l'élasticité des fibres. Les fibres ainsi recyclées peuvent mieux se placer dans la feuille et favoriser les liaisons

inter-fibres. On peut voir les valeurs des propriétés mécaniques mesurées dans la recherche dans le tableau 5.5.

Dans notre recherche de recyclage avec produit chimiques, il fut constaté que l'influence du temps plus long et de la température plus élevée est bénéfique pour les propriétés mécaniques, alors qu'avec le recyclage sans produit chimique, les propriétés mécaniques diminuent lorsque la sévérité de la cuisson augmente [54]. On voit, dans la figure 5.53, l'augmentation de la résistance à la traction jusqu'à 184,5 °C; 4 min. 23 sec; le rapport solution/papier est de 2,5; la charge de sulfite de sodium est de 10% et la charge de silicate de sodium est de 2,5%. La longueur de rupture atteint, dans ce cas, le maximum de 5,2 km.

En utilisant le modèle généré par ordinateur, on obtient aussi une longueur de rupture de 6,1 km pour les conditions suivantes: 5 min. 12 sec., 192,9 °C, rapport solution/papier de 1,9; 14,2% de Na_2SO_3 et 3,6% de Na_2SiO_3 . Si on extrapole les conditions expérimentales jusqu'aux valeurs des «étoiles» du plan composé central, on obtient une longueur de rupture de 7,5 km pour les conditions suivantes: 6 min. 20 sec.; 203,9 °C; rapport solution/papier de 50/50; 20% de Na_2SO_3 et 5% de Na_2SiO_3 . Par contre, la longueur de rupture du papier journal fut seulement de 5,5 km en SM et 1,7 km en ST.

Dans la figure 5.54, on voit qu'en diminuant le rapport solution/papier la résistance à la traction augmente, et cela se produit pour les charges constantes des produits chimiques. Ceci peut s'expliquer par l'augmentation de

la concentration du sulfite de sodium. Ainsi, l'ajout des deux produits chimiques est bénéfique pour la résistance à la traction (voir la figure 5.55).

L'indice d'éclatement est montré dans les figures 5.56, 5.57 et 5.58. La résistance à l'éclatement dépend des liaisons inter-fibres et donne des résultats semblables à ceux de la résistance à la traction. L'indice d'éclatement atteint $2,9 \text{ kPa.m}^2/\text{g}$ (voir la figure 5.56) à 185°C , 4 min. 22 sec. pour le rapport de 2,5; la charge de sulfite de sodium est de 10% et la charge de silicate de sodium est de 2,5%. L'indice d'éclatement du papier journal fut seulement de $1,6 \text{ kPa.m}^2/\text{g}$, donc le papier ainsi recyclé est de 80% plus résistant à l'éclatement que le papier journal vierge.

La résistance au déchirement est influencée par la longueur des fibres plutôt que par les liaisons inter-fibres. On voit l'influence des facteurs sur l'indice de déchirure dans les figures 5.59, 5.60 et 5.61. L'indice de déchirure varie dans notre étude, de 7,7 jusqu'à $9,3 \text{ mN.m}^2/\text{g}$. L'indice de déchirure initial du papier journal fut de $7 \text{ mN.m}^2/\text{g}$ en ST et de $4,5 \text{ mN.m}^2/\text{g}$ en SM. Dans notre étude, l'amélioration de la résistance au déchirement peut être expliquée par la perte des fines et l'augmentation de l'indice de courbature. En lavant la pâte dans le flacon de drainage dynamique, on perd en moyenne 14,7% de la matière et surtout des fibres courtes. Ceci contribue à l'augmentation du pourcentage des fibres longues dans la pâte lavée.

TABLEAU 5.5 Les propriétés mécaniques du papier journal recyclé.

| No. | Longueur de rupture (km) | Écart-type | Indice de déchirure (mN.m ² /g) | Écart-type | Indice d'éclatement (kPa.m ² /g) | Écart-type |
|-----|--------------------------|------------|--|------------|---|------------|
| 1 | 4,12 | 0,15 | 9,23 | 0,19 | 2,06 | 0,08 |
| 2 | 4,14 | 0,20 | 8,65 | 0,18 | 2,11 | 0,18 |
| 3 | 4,10 | 0,22 | 8,53 | 0,27 | 2,21 | 0,10 |
| 4 | 4,28 | 0,15 | 8,61 | 0,46 | 2,14 | 0,13 |
| 5 | 4,17 | 0,16 | 9,10 | 0,43 | 2,14 | 0,16 |
| 6 | 4,35 | 0,15 | 9,03 | 0,14 | 2,17 | 0,16 |
| 7 | 4,18 | 0,28 | 9,18 | 0,28 | 2,25 | 0,17 |
| 8 | 4,54 | 0,25 | 8,77 | 0,56 | 2,27 | 0,12 |
| 9 | 4,55 | 0,36 | 8,58 | 0,16 | 2,48 | 0,11 |
| 10 | 4,77 | 0,19 | 8,61 | 0,17 | 2,58 | 0,17 |
| 11 | 4,95 | 0,13 | 8,63 | 0,21 | 2,62 | 0,12 |
| 12 | 4,79 | 0,24 | 8,48 | 0,12 | 2,75 | 0,22 |
| 13 | 4,25 | 0,33 | 8,96 | 0,20 | 2,31 | 0,18 |
| 14 | 4,33 | 0,19 | 8,74 | 0,17 | 2,45 | 0,16 |
| 15 | 4,85 | 0,26 | 8,85 | 0,16 | 2,42 | 0,10 |
| 16 | 4,77 | 0,23 | 8,76 | 0,08 | 2,54 | 0,13 |
| 17 | 4,13 | 0,21 | 8,74 | 0,17 | 2,27 | 0,10 |
| 18 | 4,58 | 0,15 | 8,83 | 0,09 | 2,27 | 0,12 |
| 19 | 4,68 | 0,23 | 9,00 | 0,47 | 2,42 | 0,14 |
| 20 | 4,68 | 0,20 | 8,68 | 0,30 | 2,44 | 0,19 |
| 21 | 4,35 | 0,24 | 9,12 | 0,35 | 2,25 | 0,17 |
| 22 | 3,84 | 0,16 | 9,33 | 0,26 | 2,21 | 0,12 |
| 23 | 4,18 | 0,22 | 9,13 | 0,17 | 2,31 | 0,09 |
| 24 | 4,33 | 0,13 | 8,98 | 0,42 | 2,25 | 0,09 |
| 25 | 4,87 | 0,15 | 8,19 | 0,16 | 2,71 | 0,07 |
| 26 | 4,99 | 0,20 | 8,46 | 0,11 | 2,87 | 0,13 |
| 27 | 5,38 | 0,33 | 7,98 | 0,05 | 3,20 | 0,27 |
| 28 | 6,21 | 0,25 | 7,73 | 0,23 | 3,77 | 0,25 |
| 29 | 4,60 | 0,25 | 8,40 | 0,19 | 2,53 | 0,11 |
| 30 | 4,55 | 0,25 | 8,71 | 0,23 | 2,53 | 0,21 |
| 31 | 4,76 | 0,23 | 8,72 | 0,29 | 2,60 | 0,10 |
| 32 | 5,27 | 0,29 | 8,37 | 0,18 | 3,01 | 0,14 |
| 33 | 4,52 | 0,10 | 8,89 | 0,26 | 2,30 | 0,07 |
| 34 | 5,15 | 0,23 | 8,38 | 0,13 | 2,88 | 0,18 |
| 35 | 4,10 | 0,24 | 8,92 | 0,40 | 2,31 | 0,11 |
| 36 | 5,18 | 0,28 | 8,77 | 0,09 | 2,89 | 0,16 |
| 37 | 5,11 | 0,22 | 8,11 | 0,15 | 2,92 | 0,12 |
| 38 | 4,34 | 0,23 | 9,12 | 0,21 | 2,34 | 0,10 |
| 39 | 4,01 | 0,14 | 8,86 | 0,37 | 2,06 | 0,10 |
| 40 | 5,77 | 0,24 | 7,94 | 0,15 | 3,18 | 0,14 |
| 41 | 4,86 | 0,26 | 8,34 | 0,20 | 2,81 | 0,14 |
| 42 | 4,82 | 0,26 | 8,49 | 0,25 | 2,75 | 0,24 |
| 43 | 5,36 | 0,23 | 8,39 | 0,19 | 2,88 | 0,23 |
| 44 | 5,25 | 0,14 | 8,37 | 0,15 | 2,94 | 0,08 |
| 45 | 4,97 | 0,23 | 8,59 | 0,19 | 2,82 | 0,10 |

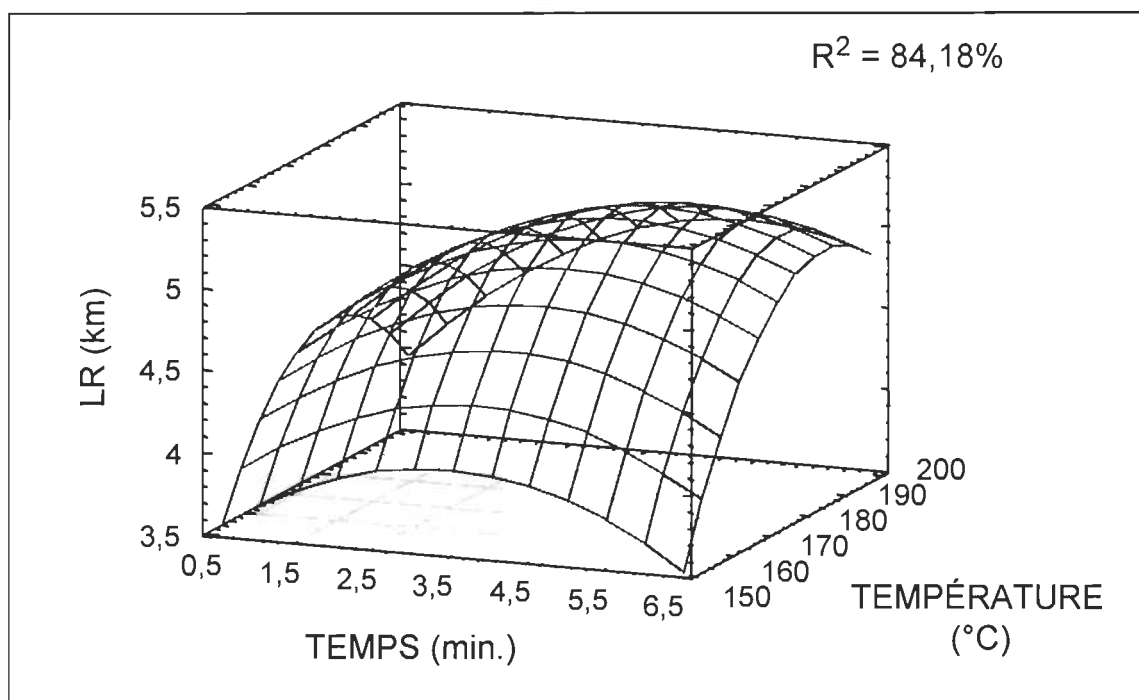


FIGURE 5.53 L'influence du temps et de la température sur la résistance à la traction.

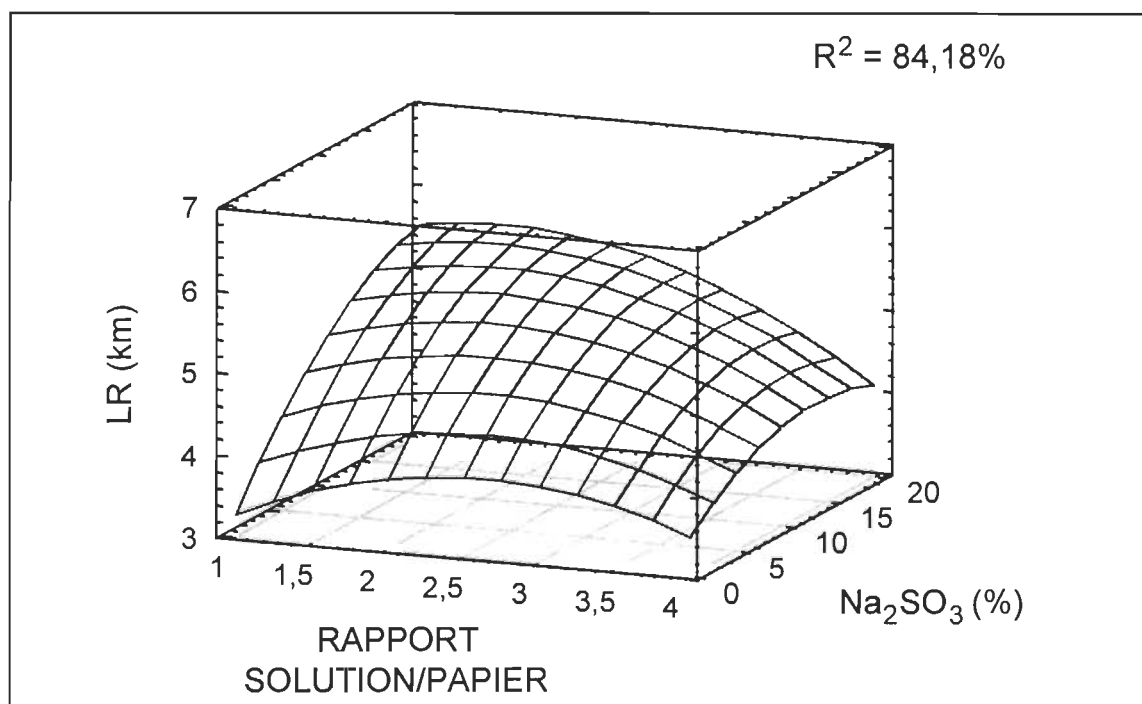


FIGURE 5.54 L'influence du rapport solution/papier et du sulfite de sodium sur la résistance à la traction.

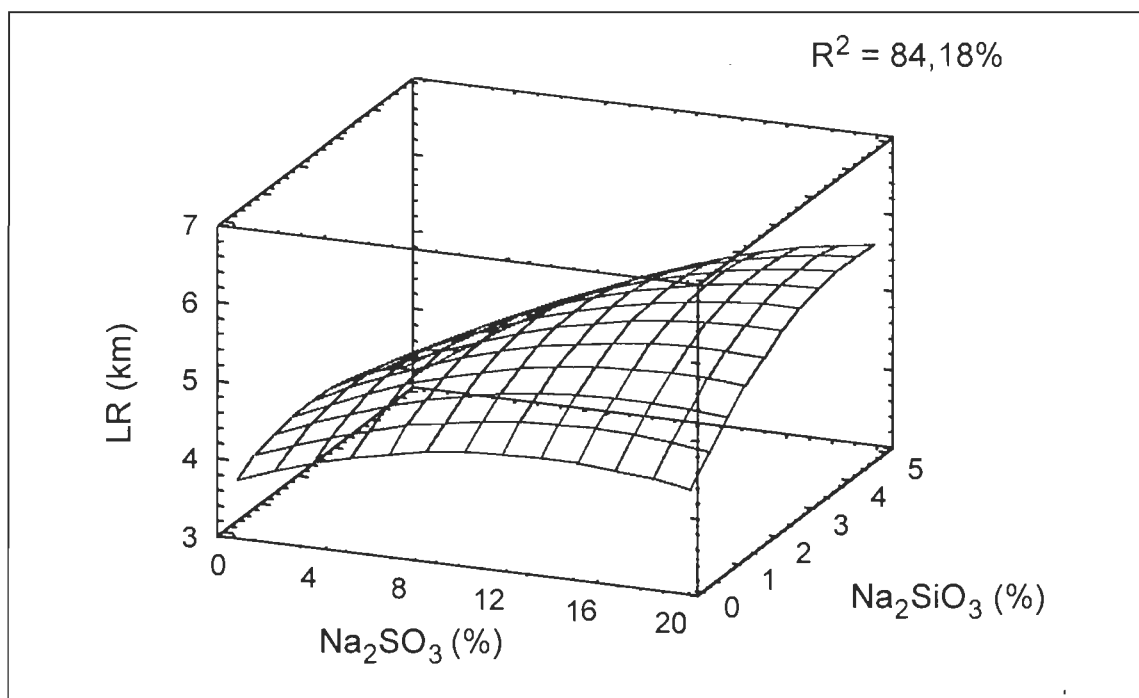


FIGURE 5.55 L'influence du sulfite de sodium et du silicate de sodium sur la résistance à la traction.

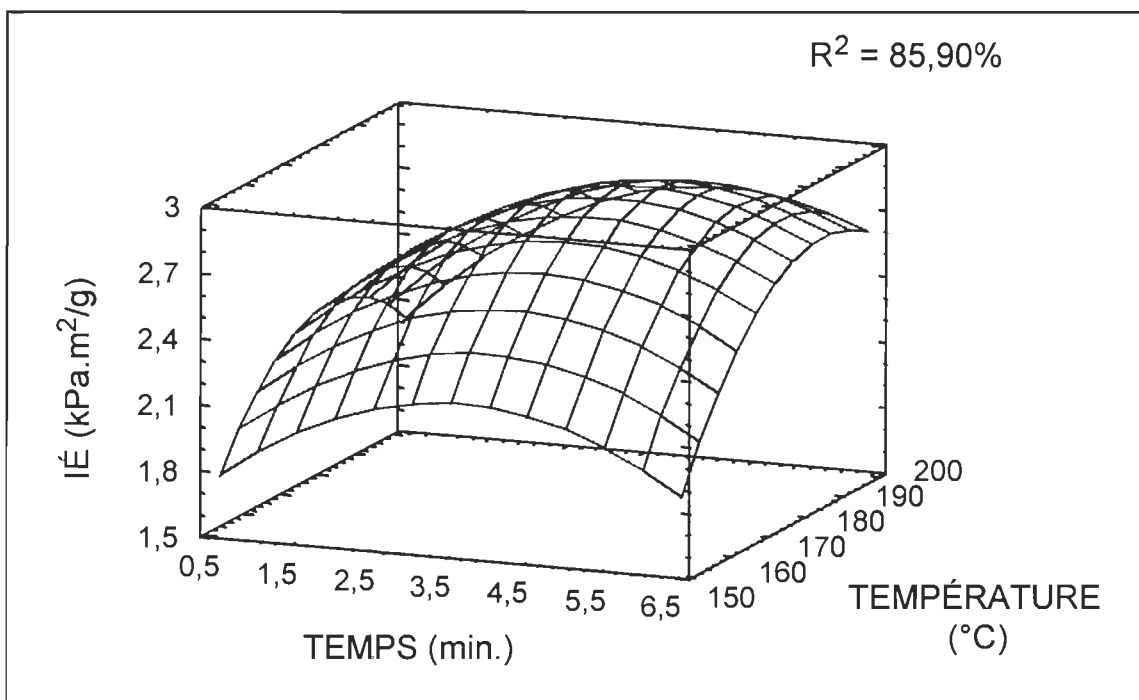


FIGURE 5.56 L'influence du temps et de la température sur la résistance à l'éclatement.

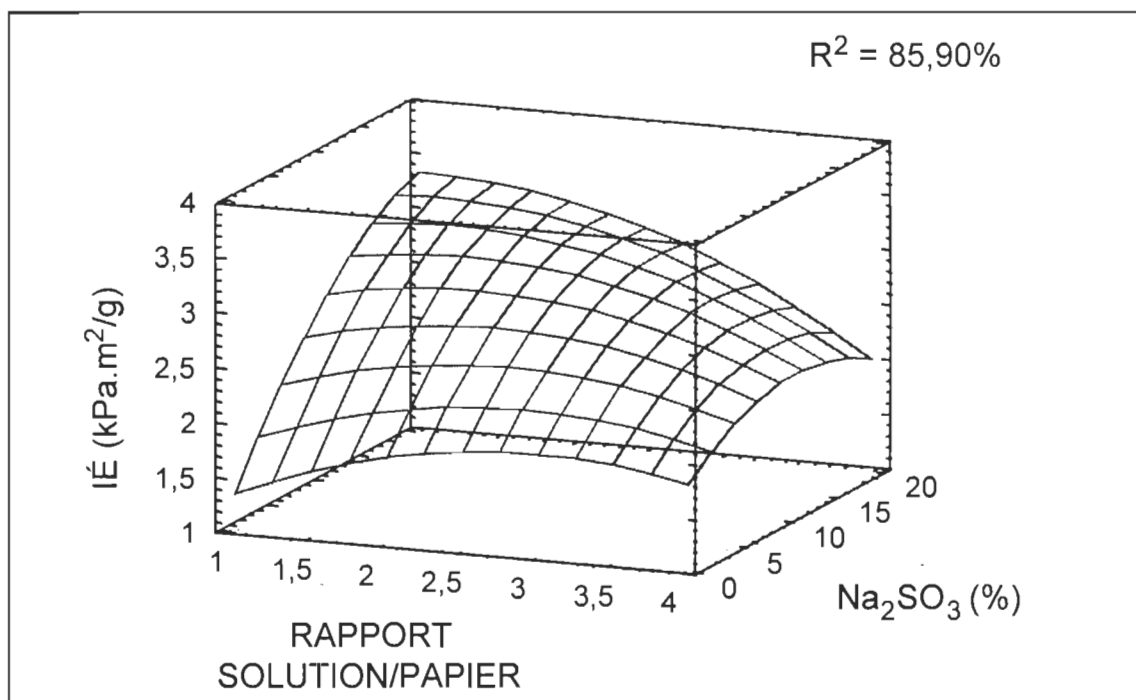


FIGURE 5.57 L'influence du rapport solution/papier et du sulfite de sodium sur la résistance à l'éclatement.

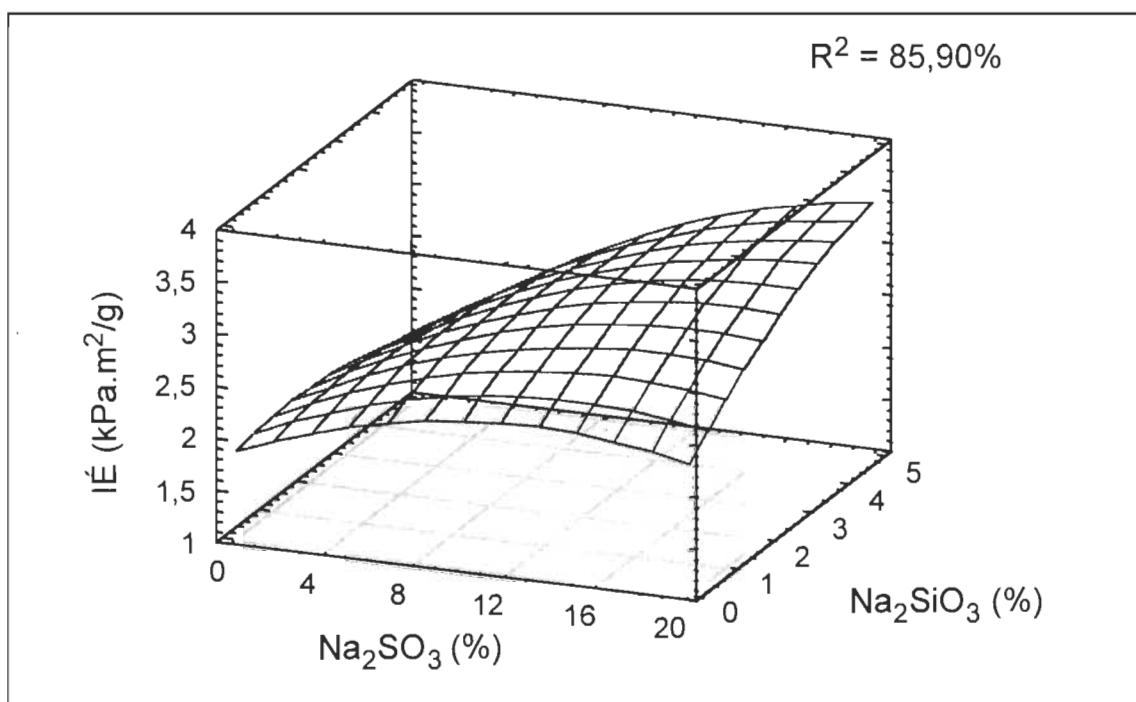


FIGURE 5.58 L'influence du sulfite de sodium et du silicate de sodium sur la résistance à l'éclatement.

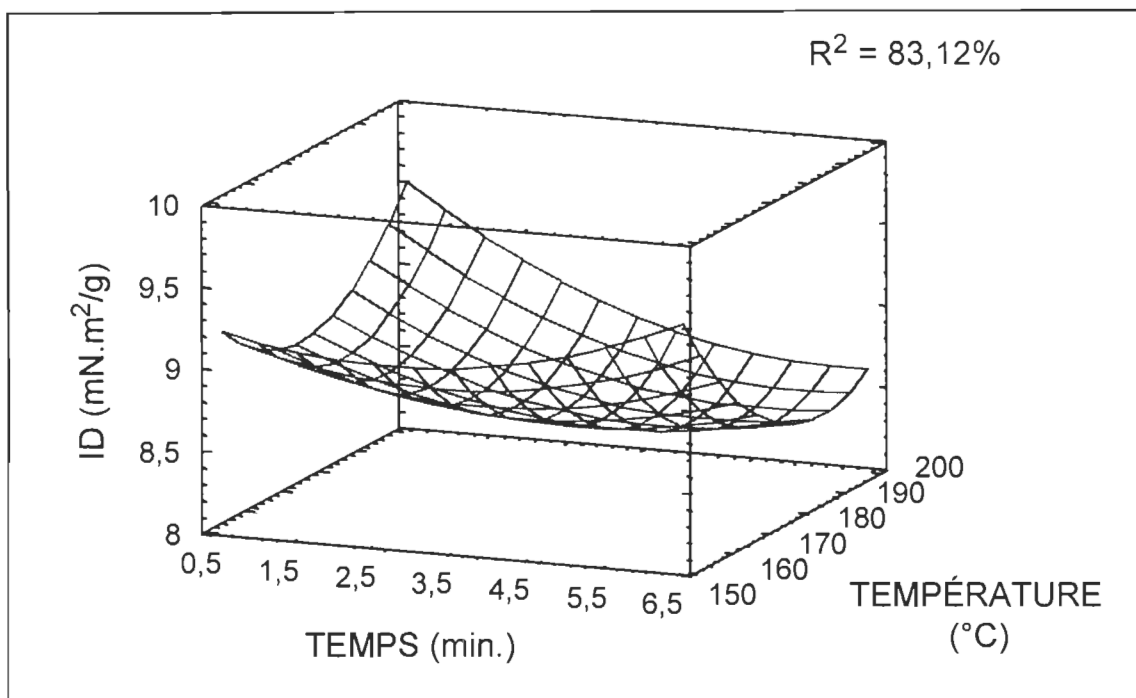


FIGURE 5.59 L'influence du temps et de la température sur la résistance au déchirement.

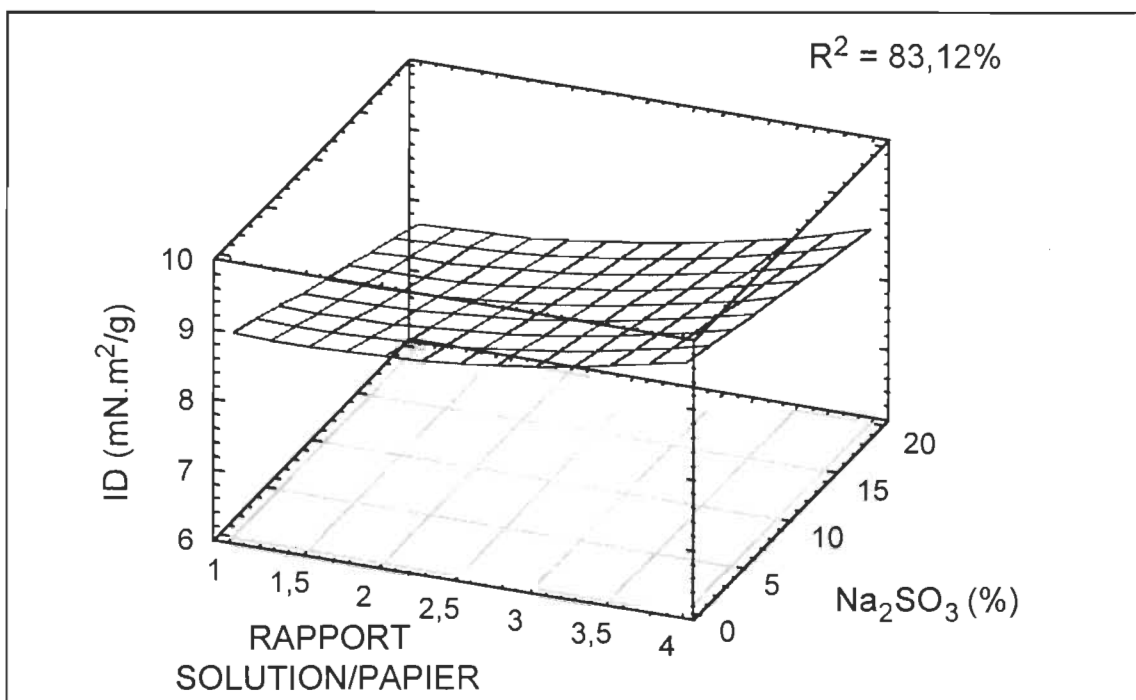


FIGURE 5.60 L'influence du rapport solution/papier et du sulfite de sodium sur la résistance au déchirement.

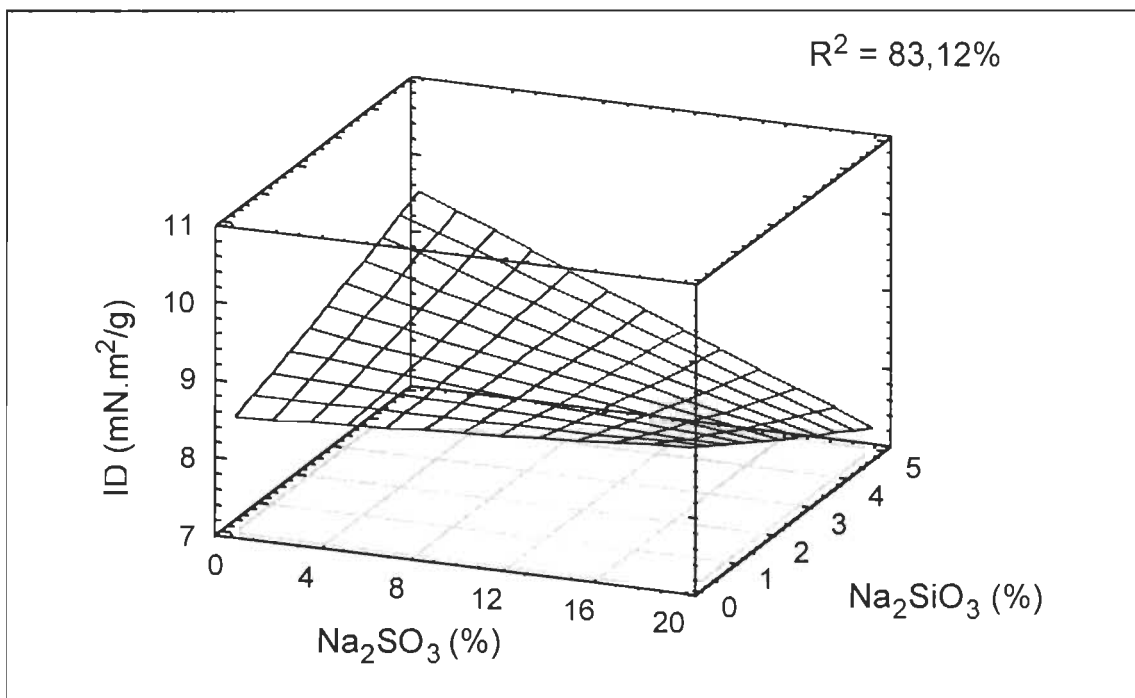


FIGURE 5.61 L'influence du sulfite de sodium et du silicate de sodium sur la résistance au déchirement.

5.2.4 Les propriétés physico-chimiques du papier journal recyclé.

L'indice d'égouttage, le temps de drainage et la porosité sont montrés dans le tableau 5.6. L'indice d'égouttage varie, dans notre étude, entre 204 et 287 mL et son coefficient de corrélation pour le plan expérimental est seulement de 55,3%. De même, la dépendance de la longueur de rupture en fonction de l'indice d'égouttage a une corrélation basse de 11,5%. Le temps de drainage, qui est une caractéristique similaire à l'indice d'égouttage, nous montre un meilleur coefficient de corrélation, qui est de 61,8%. Les figures 5.62, 5.63 et 5.64 nous montrent le temps de drainage en fonction des cinq facteurs; celui-ci correspond bien avec les changements de la longueur de rupture et de l'indice d'éclatement. Plus le temps de drainage est élevé, plus le papier est

résistant face à la traction ou à l'éclatement (voir la figure 5.65), et ceci pour une même quantité de fines.

L'indice de rétention de l'eau, indicateur de la surface spécifique, a une très faible corrélation de 41,3%, et seul le rapport solution/papier est un facteur significatif. Habituellement, la résistance à la traction et à l'éclatement dépendent grandement de la surface spécifique des fibres. Les résultats du recyclage multiple ne montrent pas de grandes variations de l'indice de rétention de l'eau, sauf au premier cycle dans le recyclage sans produits chimiques, où sa perte est attribuée au séchage du papier, lequel a lieu seulement au premier cycle de recyclage.

Le WRV* (voir le tableau 5.10) est l'indice de rétention de l'eau de la fraction M45 de la distribution Bauer-McNett. Ceci nous permet d'éliminer l'influence des fines lors de la détermination de l'indice de rétention de l'eau. Cependant le coefficient de corrélation est aussi bas, seulement 47% et, de plus, seules les expériences «d'étoile» du plan expérimental furent mesurées.

Le facteur S ne donne également pas de résultats solides permettant d'attribuer les changements de la résistance mécanique au développement des surfaces des fibres recyclées.

Les figures 5.66 et 5.67 nous montrent une dépendance étroite de la résistance mécanique de la porosité et de la main du papier. À l'opposé, les propriétés rhéologiques de la pâte recyclée, soit l'indice d'égouttage, le facteur S et l'indice de rétention de l'eau, ne donnent pas de coefficients de corrélation élevés. L'amélioration de la longueur de rupture en augmentant la densité du

papier, ou en diminuant la porosité du papier, signifie l'amélioration de l'élasticité des fibres. Les fibres ainsi recyclées peuvent mieux se placer dans la feuille et favoriser les liaisons inter-fibres. La température élevée dans le procédé de recyclage aboutirait à un ramollissement additionnel de la lignine [26]. Le ramollissement additionnel et permanent de la lignine devrait permettre aussi l'augmentation de la flexibilité.

L'augmentation de la résistance à la traction devrait également être liée à la diminution du coefficient de diffusion de la lumière (voir la figure 5.75). On présume que pour une meilleure longueur de rupture, une plus grande superficie des fibres est employée pour la liaison inter-fibres.

Les figures 5.69, 5.70 et 5.71 nous montrent l'influence des cinq facteurs sur la porosité du papier recyclé. La résistance à la traction dépend indirectement de la porosité. On voit dans les figures 5.72, 5.73 et 5.74 l'effet des changements des conditions d'opération sur la densité du papier. Le coefficient de corrélation est de 89.8% et il est meilleur que celui de la porosité. La densité montre des changements identiques à ceux de la longueur de rupture et de l'indice d'éclatement déjà présentés dans les figures 5.52 - 5.57.

La formation des groupes sulfoniques et carboxyliques est un facteur très important pour les liaisons entre les fibres et, conséquemment, pour les propriétés papetières [82,92-95]. Dans l'étude réalisée sans l'ajout de produits chimiques, les papiers faits à partir de la PCTM et de la PTM ont montré une meilleure résistance contre la détérioration des propriétés mécaniques par le recyclage assisté à la vapeur. Le papier journal utilisé pour le recyclage comporte une quantité importante de pâte à haut rendement. De plus, le sulfite

de sodium utilisé pourrait améliorer les propriétés mécaniques en augmentant le contenu sulfonique dans le papier recyclé. La figure 5.75 montre une bonne corrélation entre la longueur de rupture et le contenu sulfonique. Le coefficient de corrélation est de 70,6%. Le coefficient de corrélation pour l'indice d'éclatement versus le contenu sulfonique est de 80,3%. Le contenu carboxylique semble moins important pour la résistance mécanique (voir la figure 5.76), avec un coefficient nettement inférieur à celui du contenu sulfonique. Le contenu ionique total (voir la figure 5.77) est la somme des deux précédents et le coefficient de corrélation de 68,5% se trouve entre les deux. Les valeurs du contenu ionique total mesurées sont indiquées dans le tableau 5.7.

Les figures 5.78, 5.79 et 5.80 nous montrent l'influence des facteurs sur le contenu sulfonique et, ainsi, sur la réaction de sulfonation de la lignine. Le contenu sulfonique correspond bien avec le changement de la résistance mécanique à la traction et à l'éclatement; son coefficient de corrélation est de 84,3%. La charge de sulfite de sodium est la plus significative dans l'analyse ANOVA. Les figures 5.81 - 5.83 nous montrent l'influence des conditions expérimentales sur le contenu ionique total, qui a un coefficient de corrélation de 95,9%. Le contenu ionique total en fonction du temps de traitement et de la température a un maximum au centre du plan expérimental. La diminution du contenu ionique en augmentant la sévérité du procédé mène à la dissolution des hémicelluloses.

La spectroscopie infrarouge par la transformée de Fourier (FTIR) est montrée dans les figures 5.84 et 5.85. Le tableau 5.1 donne l'interprétation des principales bandes observées. Notons que la bande à 1735 cm^{-1} , attribuable à

la vibration d'élongation des groupes carbonyles ou carboxyles, diminue d'intensité lorsque la température est de 200 °C et lorsque le temps de traitement est de 6,5 minutes. La bande 1735 cm^{-1} est liée à la présence de groupements acétyles ou d'acides uroniques dans les hémicelluloses. Ceci correspond bien avec le rendement bas et indique ainsi la dissolution des hémicelluloses comme dans le cas de Ben [115]. Un effet similaire se produit dans le cas de la concentration du sulfite de sodium élevée pour les expériences 40 et 37 (voir la figure 5.85).

La cristallinité de la matière cellulosique selon le modèle de Sukhov [75] est montrée dans la figure 5.86 et les paramètres de la cellulose sont indiqués dans le tableau 5.8. Le tableau 3.2 montre les conditions expérimentales correspondantes pour les expériences Nos 33 - 43. On peut comparer des expériences pour chaque facteur, tandis que les autres sont fixés au centre du plan expérimental. Le temps de traitement n'a pas d'effet, tandis que la température a un effet positif sur la cristallinité. On peut attribuer cette augmentation au regroupement des chaînes de cellulose et à la formation de cristaux plus grands. Le changement de la cristallinité, en variant le rapport solution/papier, la charge de sulfite de sodium et la charge de silicate de sodium, devrait être causé par la dissolution de la partie amorphe de l'holocellulose, quand la concentration de produits chimiques est plus élevée. L'augmentation de la cristallinité devrait mener à une résistance plus élevée des fibres cellulosiques et ainsi contribuer à l'augmentation de la résistance mécanique. Malgré cette hypothèse, l'augmentation de la cristallinité aboutit aussi à l'augmentation de la fragilité des fibres. L'augmentation de la cristallinité fut déjà observée pendant le recyclage. On lui attribue la plus grande création de fines durant le raffinage de la pâte recyclée.

TABLEAU 5.6 L'indice d'égouttage, le temps de drainage des pâtes et la porosité du papier journal recyclé.

| No. | Indice d'égouttage (mL) | Temps de drainage (sec.) | Écart-type | Porosité (mL/min.) | Écart-type |
|-----|-------------------------|--------------------------|------------|--------------------|------------|
| 1 | 266 | 5,63 | 0,14 | 1651 | 71 |
| 2 | 233 | 6,11 | 0,07 | 1357 | 104 |
| 3 | 237 | 6,23 | 0,16 | 1196 | 150 |
| 4 | 223 | 6,58 | 0,04 | 956 | 21 |
| 5 | 224 | 6,01 | 0,13 | 1314 | 118 |
| 6 | 231 | 6,12 | 0,08 | 1337 | 78 |
| 7 | 215 | 6,32 | 0,18 | 996 | 88 |
| 8 | 213 | 6,54 | 0,09 | 934 | 87 |
| 9 | 239 | 6,40 | 0,07 | 1324 | 68 |
| 10 | 263 | 6,31 | 0,14 | 1092 | 75 |
| 11 | 265 | 6,40 | 0,10 | 910 | 46 |
| 12 | 248 | 6,87 | 0,13 | 771 | 23 |
| 13 | 264 | 6,22 | 0,09 | 1351 | 82 |
| 14 | 251 | 6,25 | 0,13 | 1427 | 87 |
| 15 | 287 | 6,16 | 0,13 | 1472 | 81 |
| 16 | 259 | 6,35 | 0,14 | 1221 | 113 |
| 17 | 254 | 6,44 | 0,18 | 1558 | 108 |
| 18 | 223 | 7,44 | 0,48 | 1099 | 208 |
| 19 | 219 | 7,77 | 0,48 | 951 | 193 |
| 20 | 236 | 6,50 | 0,42 | 1248 | 244 |
| 21 | 242 | 5,77 | 0,13 | 1505 | 89 |
| 22 | 250 | 5,86 | 0,39 | 1942 | 247 |
| 23 | 264 | 5,98 | 0,39 | 1720 | 306 |
| 24 | 247 | 5,92 | 0,19 | 1669 | 144 |
| 25 | 237 | 6,72 | 0,18 | 987 | 67 |
| 26 | 236 | 6,53 | 0,16 | 957 | 42 |
| 27 | 226 | 7,01 | 0,19 | 579 | 77 |
| 28 | 204 | 7,41 | 0,10 | 386 | 12 |
| 29 | 237 | 6,54 | 0,11 | 1259 | 120 |
| 30 | 227 | 6,73 | 0,10 | 1369 | 136 |
| 31 | 239 | 6,58 | 0,10 | 1273 | 68 |
| 32 | 221 | 6,88 | 0,06 | 934 | 177 |
| 33 | 232 | 5,89 | 0,05 | 1397 | 55 |
| 34 | 226 | 6,30 | 0,24 | 752 | 53 |
| 35 | 240 | 5,81 | 0,14 | 1455 | 86 |
| 36 | 228 | 6,36 | 0,08 | 931 | 72 |
| 37 | 243 | 6,36 | 0,29 | 794 | 41 |
| 38 | 262 | 5,80 | 0,17 | 1596 | 112 |
| 39 | 254 | 5,82 | 0,10 | 1584 | 117 |
| 40 | 202 | 6,93 | 0,06 | 518 | 61 |
| 41 | 217 | 6,13 | 0,10 | 941 | 53 |
| 42 | 223 | 6,38 | 0,08 | 789 | 69 |
| 43 | 238 | 6,18 | 0,11 | 871 | 89 |
| 44 | 249 | 6,42 | 0,09 | 712 | 47 |
| 45 | 271 | 6,46 | 0,14 | 722 | 40 |

TABLEAU 5.7 Les propriétés physico-chimiques du papier journal recyclé.

| No. | Contenu sulfonique (mmol/kg) | Contenu carboxylique (mmol/kg) | Contenu ionique total (mmol/kg) | Indice de rétention de l'eau (%) | Densité (kg/m ³) |
|-----|------------------------------|--------------------------------|---------------------------------|----------------------------------|------------------------------|
| 1 | 26,6 | 128,6 | 155,2 | 206,5 | 363,5 |
| 2 | 21,5 | 139,5 | 161,0 | 213,3 | 371,7 |
| 3 | 22,5 | 135,7 | 158,2 | 204,7 | 391,8 |
| 4 | 27,0 | 124,7 | 151,7 | 221,7 | 396,7 |
| 5 | 29,5 | 130,0 | 159,5 | 216,0 | 371,1 |
| 6 | 27,4 | 133,9 | 161,3 | 215,1 | 364,8 |
| 7 | 34,3 | 128,3 | 162,6 | 212,1 | 388,6 |
| 8 | 31,8 | 134,1 | 165,9 | 209,4 | 384,8 |
| 9 | 46,9 | 146,9 | 193,8 | 221,1 | 383,9 |
| 10 | 62,3 | 155,1 | 217,4 | 208,2 | 407,7 |
| 11 | 63,7 | 144,3 | 208,0 | 208,7 | 440,2 |
| 12 | 50,6 | 166,9 | 217,5 | 225,4 | 435,1 |
| 13 | 43,4 | 143,9 | 187,3 | 203,6 | 387,3 |
| 14 | 64,3 | 125,8 | 190,1 | 200,6 | 388,9 |
| 15 | 41,8 | 150,1 | 191,9 | 207,2 | 389,8 |
| 16 | 36,2 | 168,1 | 204,3 | 198,4 | 403,2 |
| 17 | 34,6 | 148,4 | 183,0 | 220,4 | 397,6 |
| 18 | 36,3 | 135,8 | 172,1 | 252,7 | 412,9 |
| 19 | 36,7 | 135,7 | 172,4 | 221,1 | 427,3 |
| 20 | 22,4 | 152,1 | 174,5 | 212,9 | 408,6 |
| 21 | 22,1 | 133,1 | 155,2 | 195,5 | 384,3 |
| 22 | 33,2 | 131,5 | 164,7 | 206,3 | 357,8 |
| 23 | 32,4 | 132,8 | 165,2 | 210,2 | 385,4 |
| 24 | 31,6 | 135,6 | 167,2 | 208,9 | 375,3 |
| 25 | 57,8 | 145,8 | 203,6 | 210,9 | 435,9 |
| 26 | 60,4 | 157,8 | 218,2 | 212,3 | 435,5 |
| 27 | 72,3 | 151,7 | 224,0 | 214,2 | 474,9 |
| 28 | 94,0 | 148,5 | 242,5 | 223,6 | 512,9 |
| 29 | 43,4 | 152,6 | 196,0 | 207,4 | 412,2 |
| 30 | 47,5 | 148,9 | 196,4 | 205,3 | 394,3 |
| 31 | 57,4 | 130,9 | 188,3 | 207,6 | 402,0 |
| 32 | 68,9 | 132,1 | 201,0 | 211,5 | 426,7 |
| 33 | 40,5 | 128,7 | 169,2 | 203,3 | 378,2 |
| 34 | 62,5 | 123,9 | 186,4 | 239,0 | 437,1 |
| 35 | 40,0 | 130,0 | 170,0 | 202,8 | 367,9 |
| 36 | 58,5 | 132,8 | 191,3 | 243,0 | 404,9 |
| 37 | 64,5 | 155,6 | 220,1 | 276,1 | 425,4 |
| 38 | 36,0 | 139,5 | 175,5 | 216,9 | 368,7 |
| 39 | 9,0 | 114,6 | 123,6 | 179,7 | 358,6 |
| 40 | 83,2 | 150,8 | 234,0 | 259,6 | 447,9 |
| 41 | 53,1 | 139,4 | 192,5 | 257,3 | 407,3 |
| 42 | 50,0 | 149,5 | 199,5 | 256,8 | 420,0 |
| 43 | 55,8 | 145,4 | 201,2 | 220,6 | 414,4 |
| 44 | 45,1 | 156,6 | 201,7 | 215,9 | 414,1 |
| 45 | 54,2 | 142,7 | 196,9 | 205,1 | 408,6 |

TABLEAU 5.8 Les paramètres de la cellulose I, II, ordonnée et désordonnée pour le papier journal recyclé.

| No. | Cellulose I ordonnée | Cellulose I désordonnée | Cellulose II ordonnée | Cellulose II désordonnée |
|-----|-------------------------|----------------------------|--------------------------|-----------------------------|
| 33 | 0,106 | 0,225 | 0,000 | 0,669 |
| 34 | 0,120 | 0,209 | 0,000 | 0,671 |
| 35 | 0,110 | 0,216 | 0,000 | 0,673 |
| 36 | 0,239 | 0,078 | 0,042 | 0,640 |
| 37 | 0,281 | 0,076 | 0,066 | 0,578 |
| 38 | 0,189 | 0,090 | 0,060 | 0,660 |
| 39 | 0,166 | 0,135 | 0,028 | 0,670 |
| 40 | 0,234 | 0,070 | 0,060 | 0,636 |
| 41 | 0,201 | 0,100 | 0,071 | 0,627 |
| 42 | 0,182 | 0,097 | 0,033 | 0,688 |
| 43 | 0,155 | 0,108 | 0,000 | 0,737 |

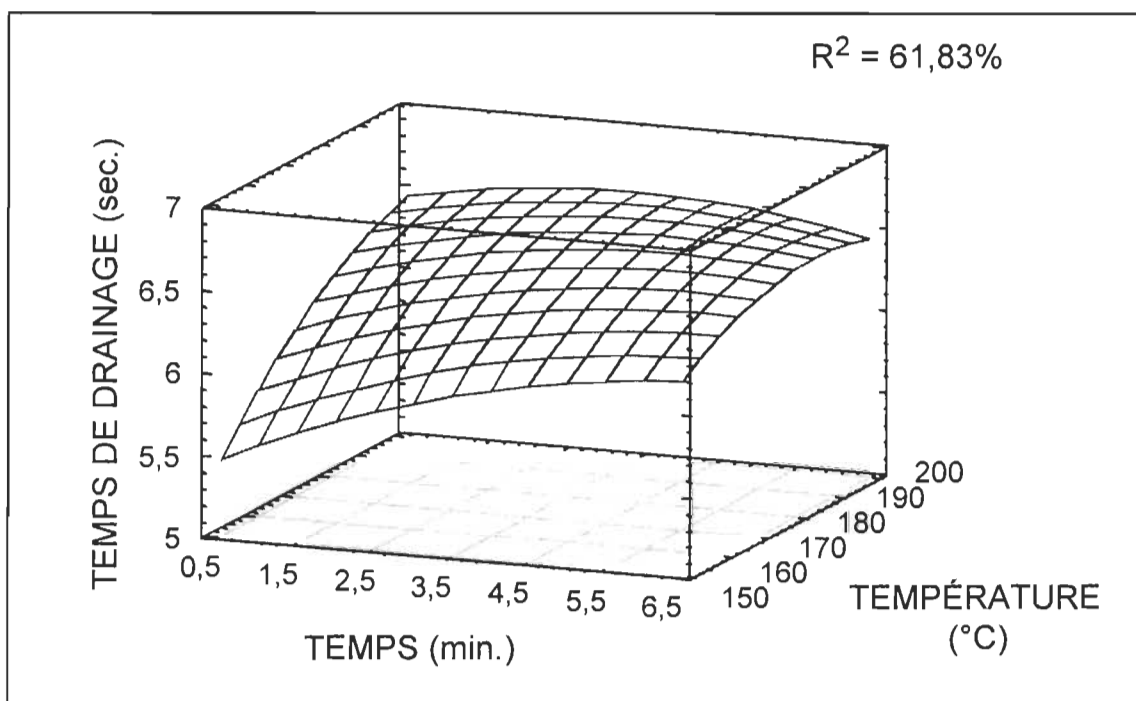


FIGURE 5.62 L'influence du temps et de la température sur le temps de drainage.

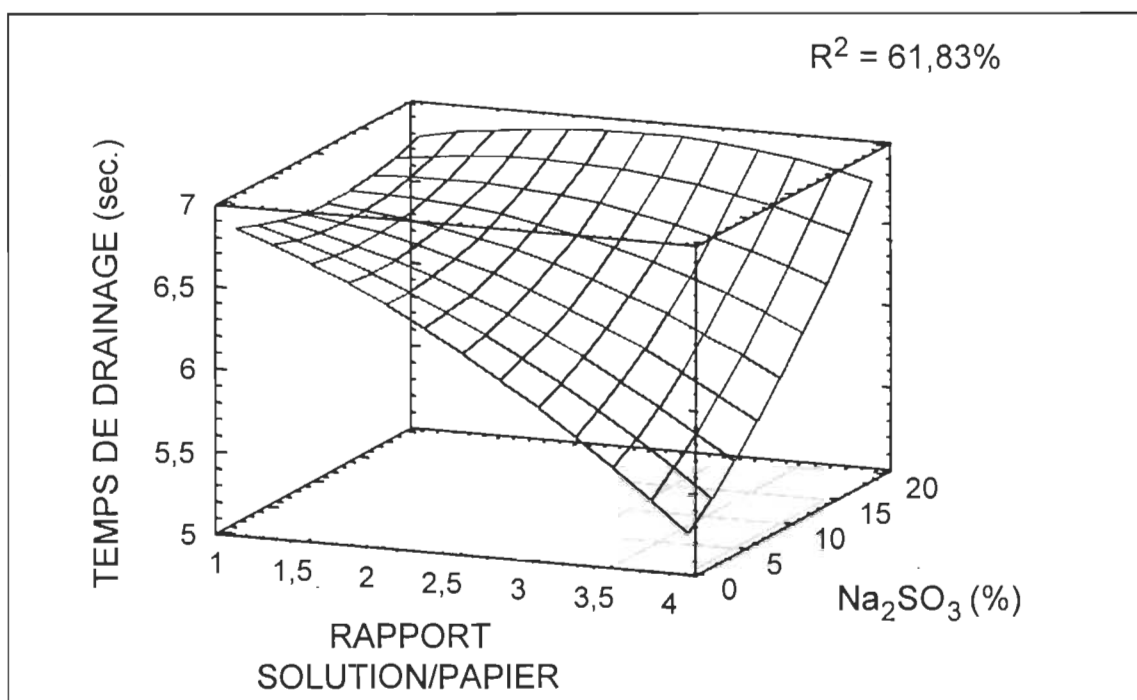


FIGURE 5.63 L'influence du rapport solution/papier et du sulfite de sodium sur le temps de drainage.

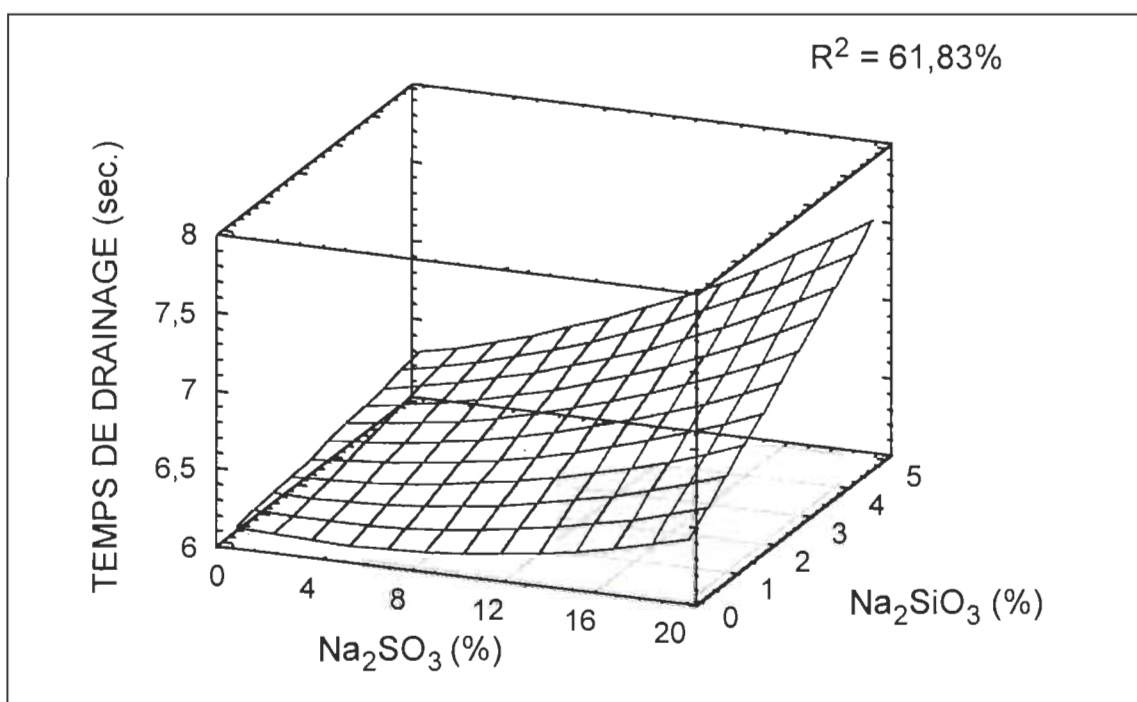


FIGURE 5.64 L'influence du sulfite de sodium et du silicate de sodium sur le temps de drainage.

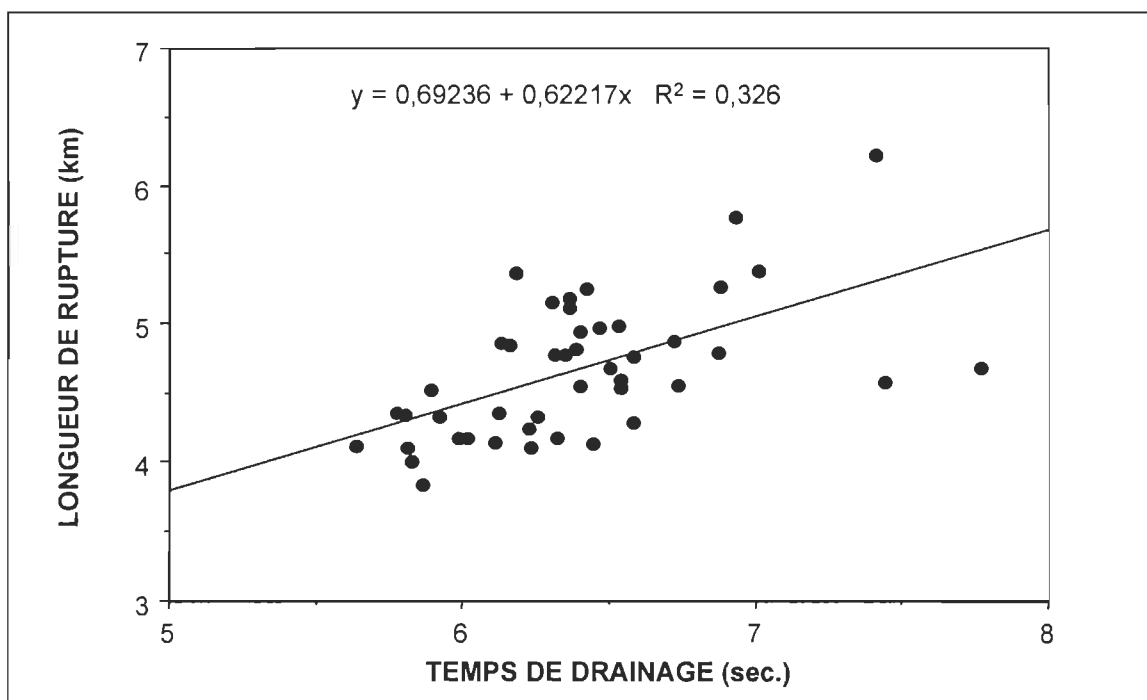


FIGURE 5.65 La longueur de rupture en fonction du temps de drainage pour le papier journal recyclé.

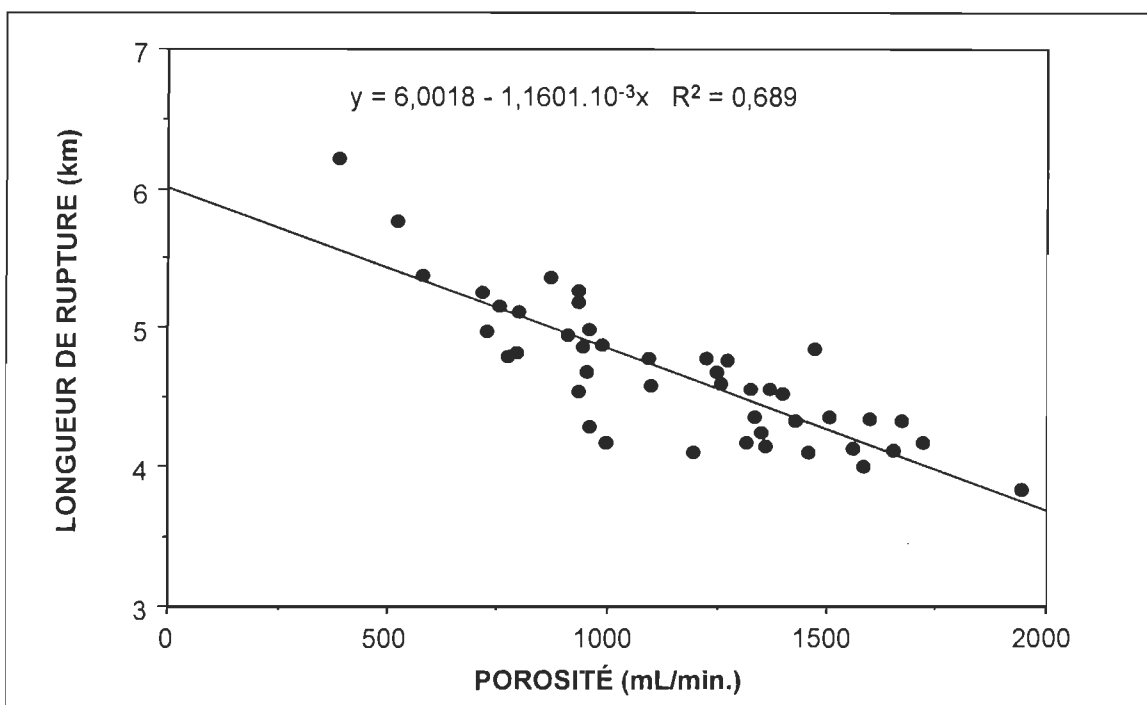


FIGURE 5.66 La longueur de rupture en fonction de la porosité pour le papier journal recyclé.

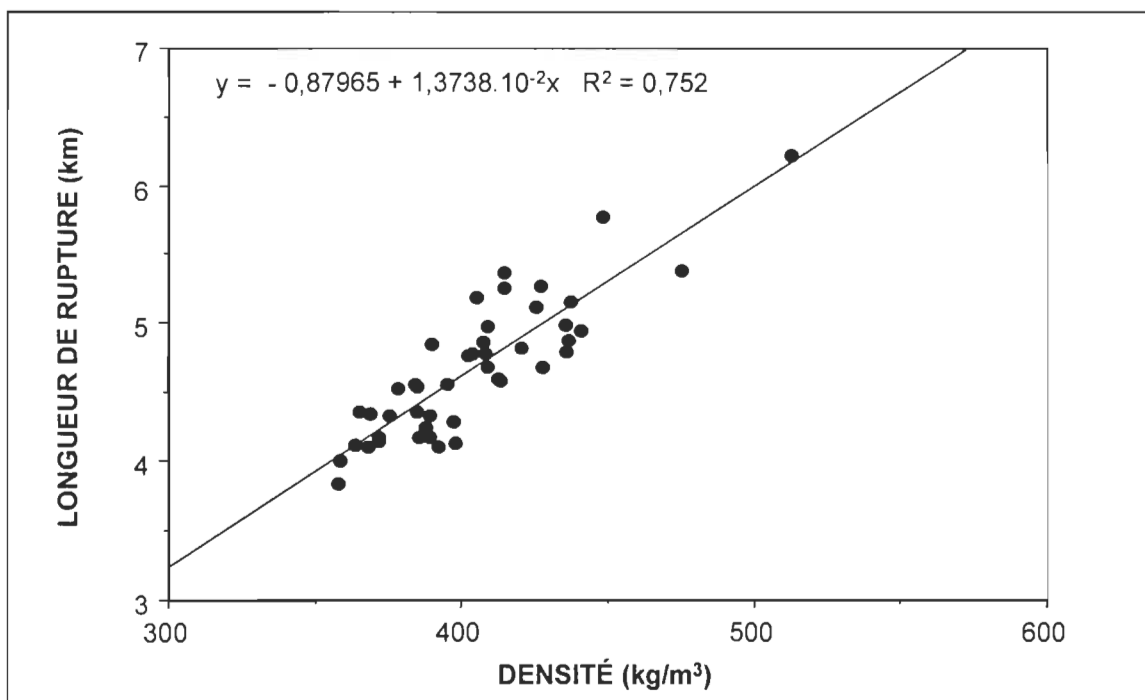


FIGURE 5.67 La longueur de rupture en fonction de la densité pour le papier journal recyclé.

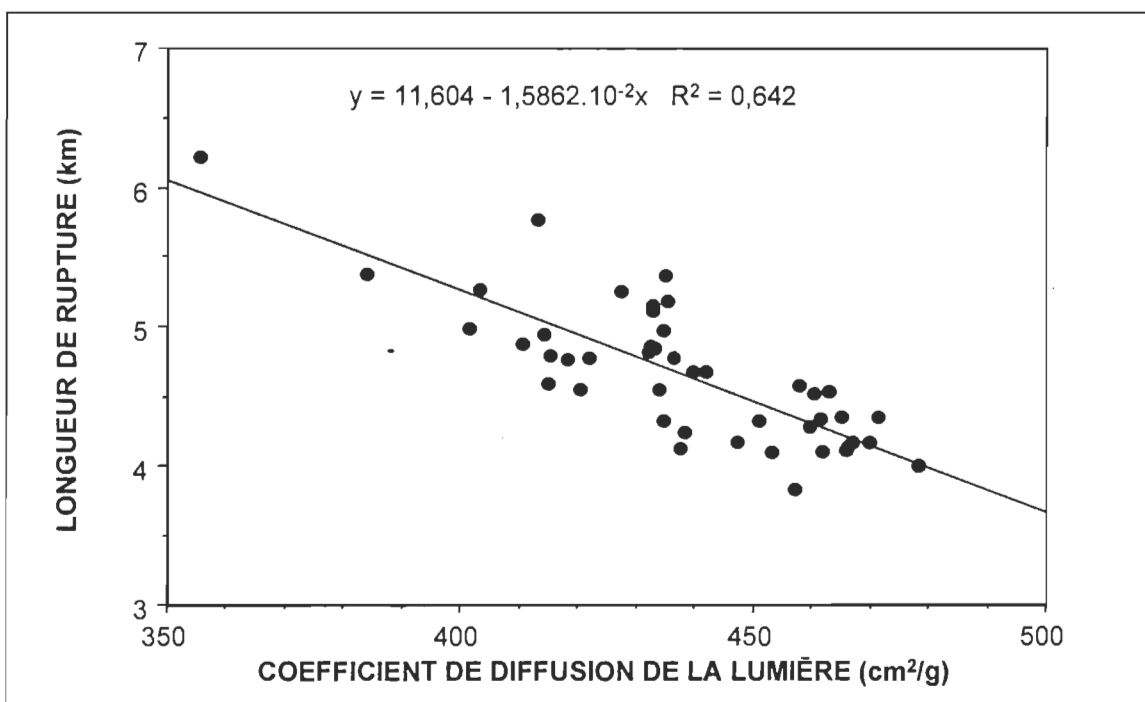


FIGURE 5.68 La longueur de rupture en fonction du coefficient de diffusion de la lumière pour le papier journal recyclé.

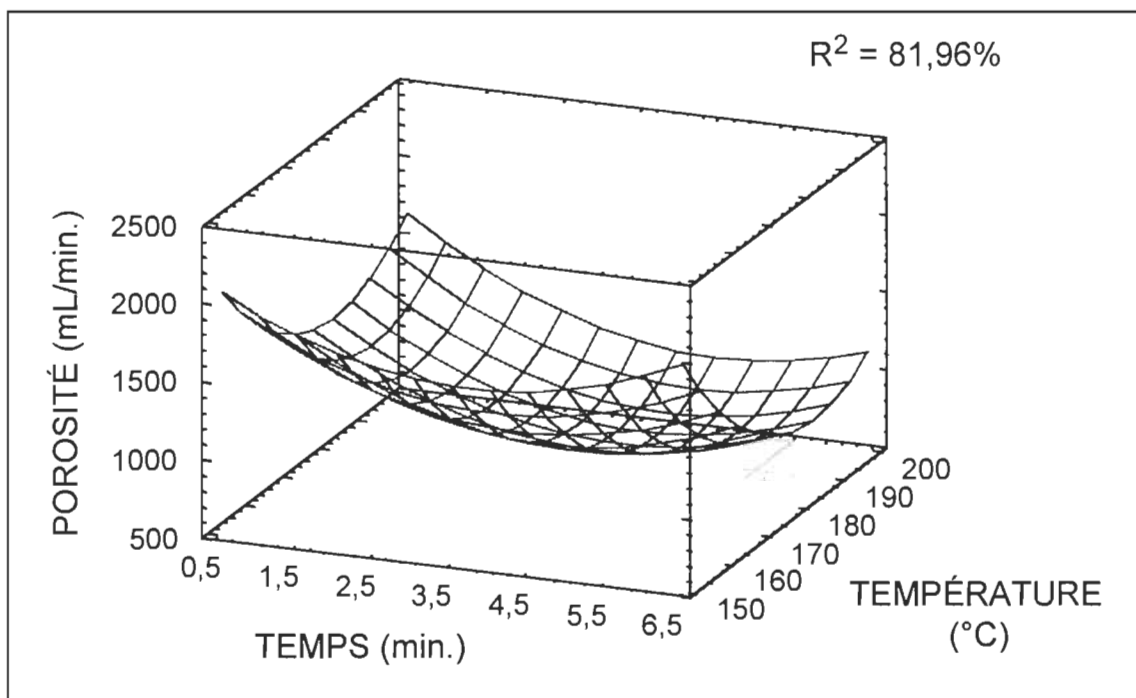


FIGURE 5.69 L'influence du temps et de la température sur la porosité du papier journal recyclé.

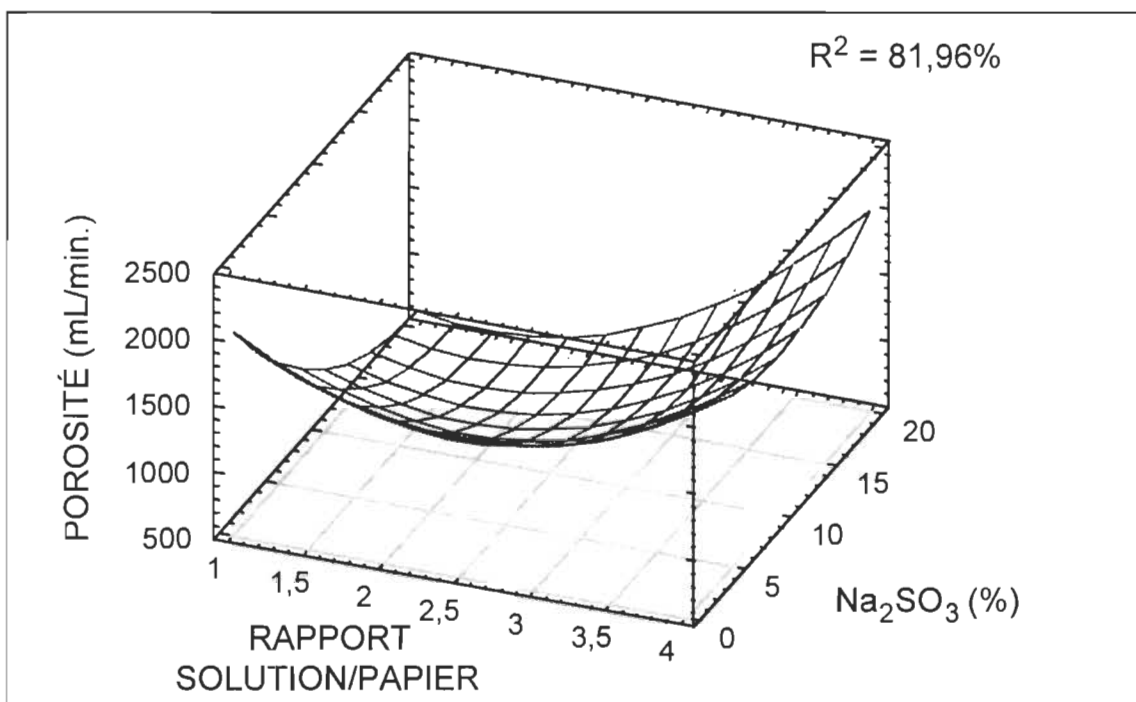


FIGURE 5.70 L'influence du rapport solution/papier et du sulfite de sodium sur la porosité du papier journal recyclé.

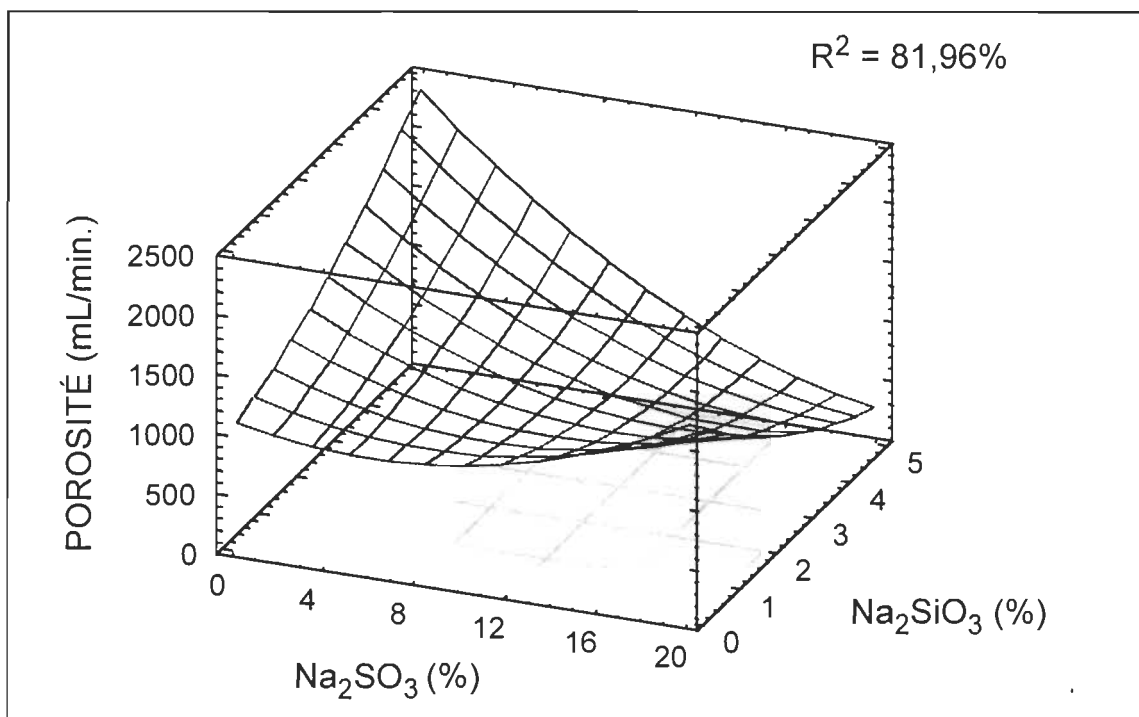


FIGURE 5.71 L'influence du sulfite de sodium et du silicate de sodium sur la porosité du papier journal recyclé.

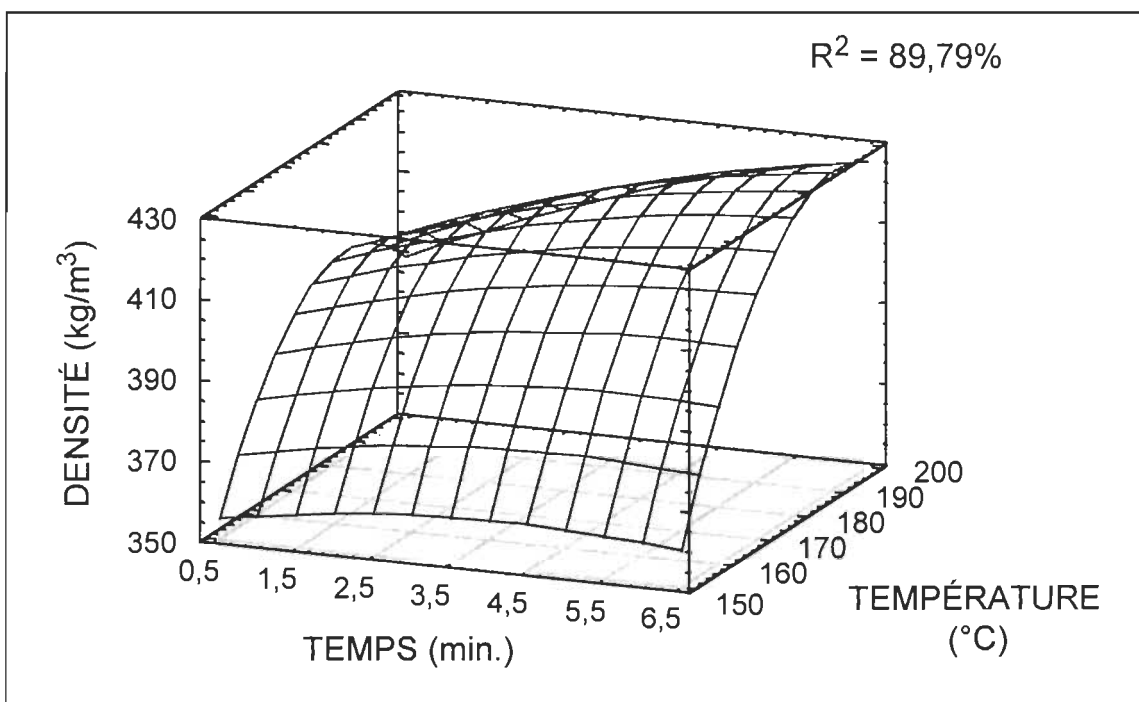


FIGURE 5.72 L'influence du temps et de la température sur la densité du papier journal recyclé.

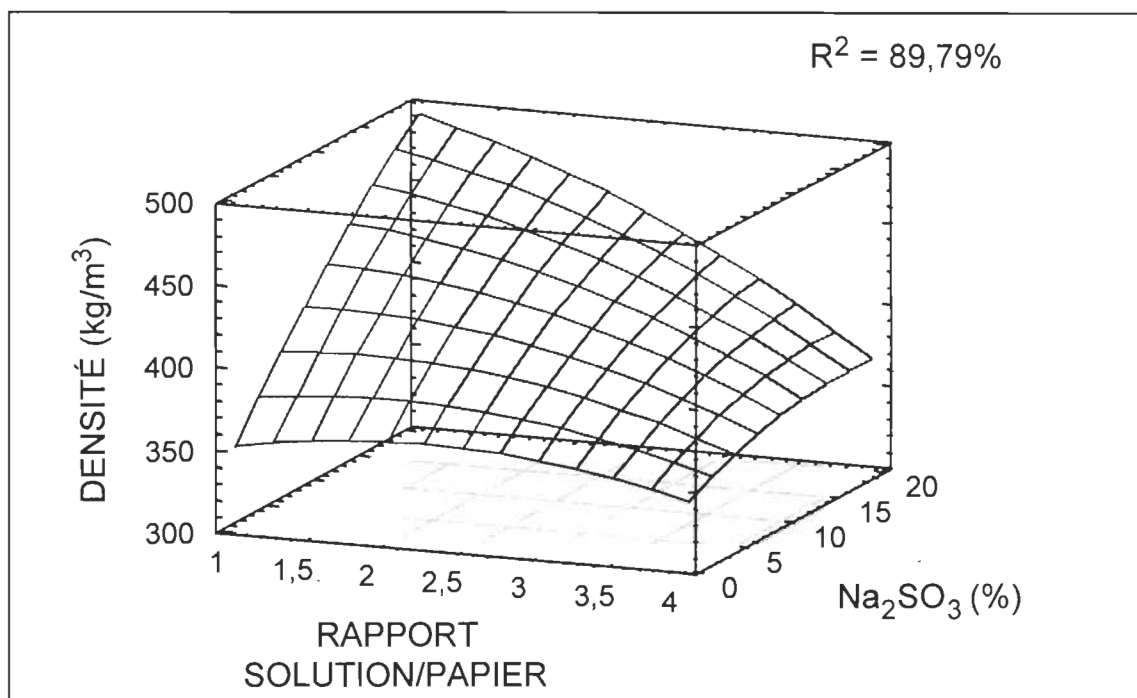


FIGURE 5.73 L'influence du rapport solution/papier et du sulfite de sodium sur la densité du papier journal recyclé.

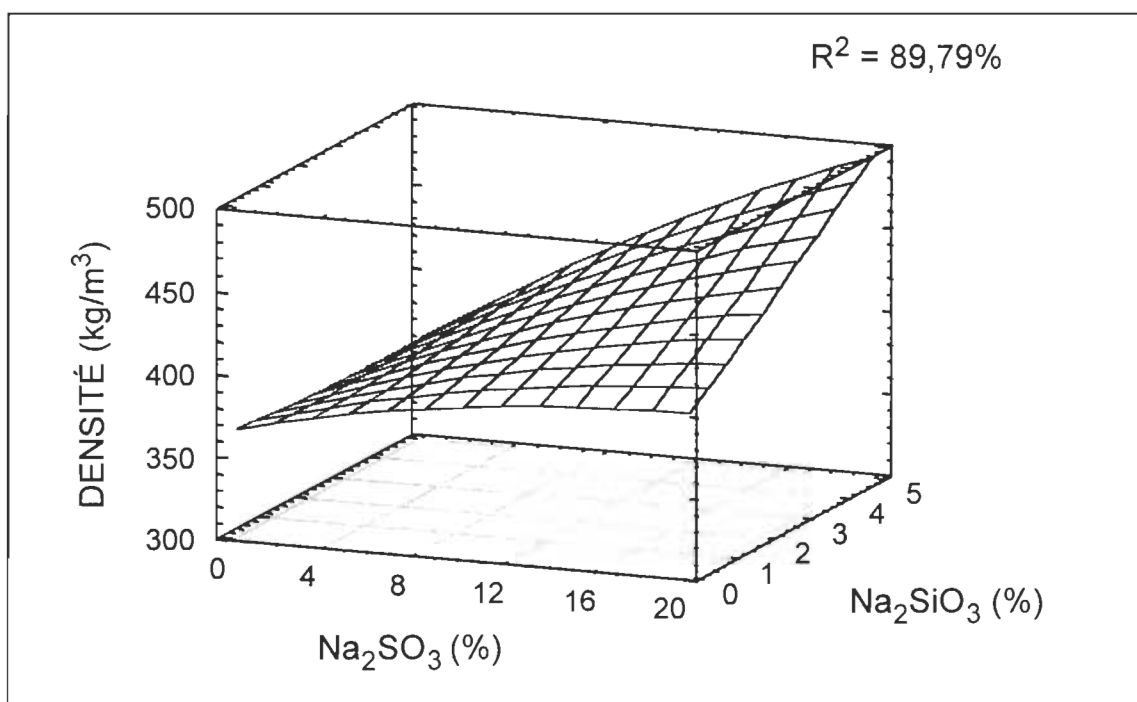


FIGURE 5.74 L'influence du sulfite de sodium et du silicate de sodium sur la densité du papier journal recyclé.

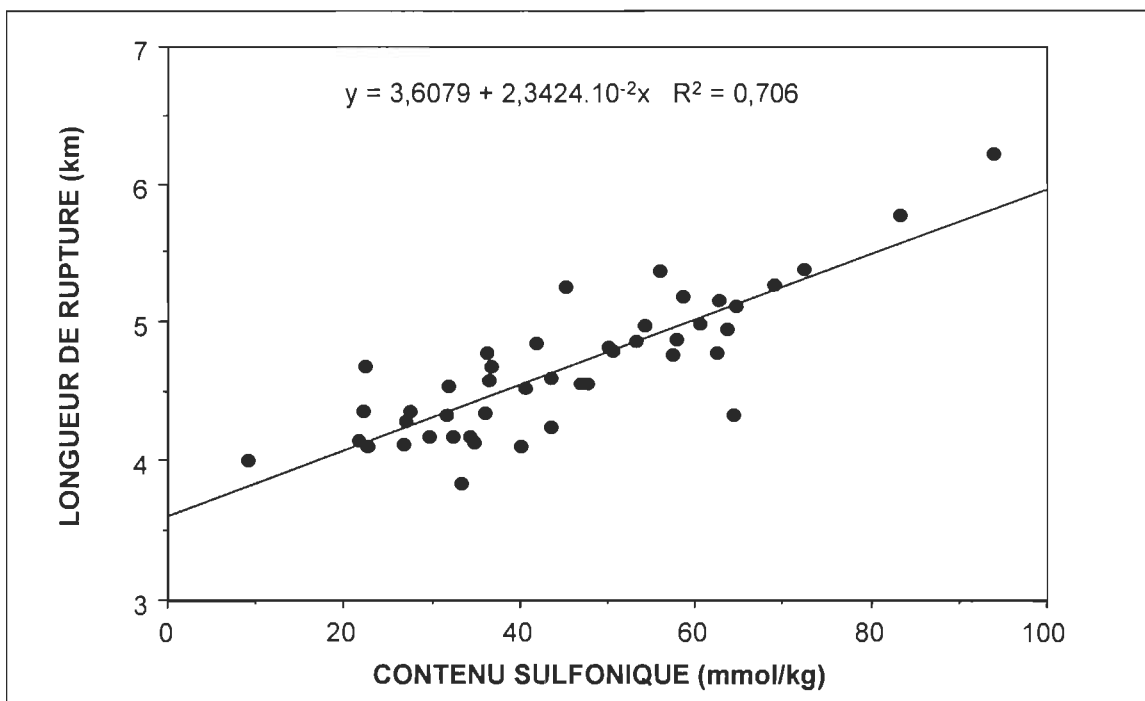


FIGURE 5.75 La longueur de rupture en fonction du contenu sulfonique pour le papier journal recyclé.

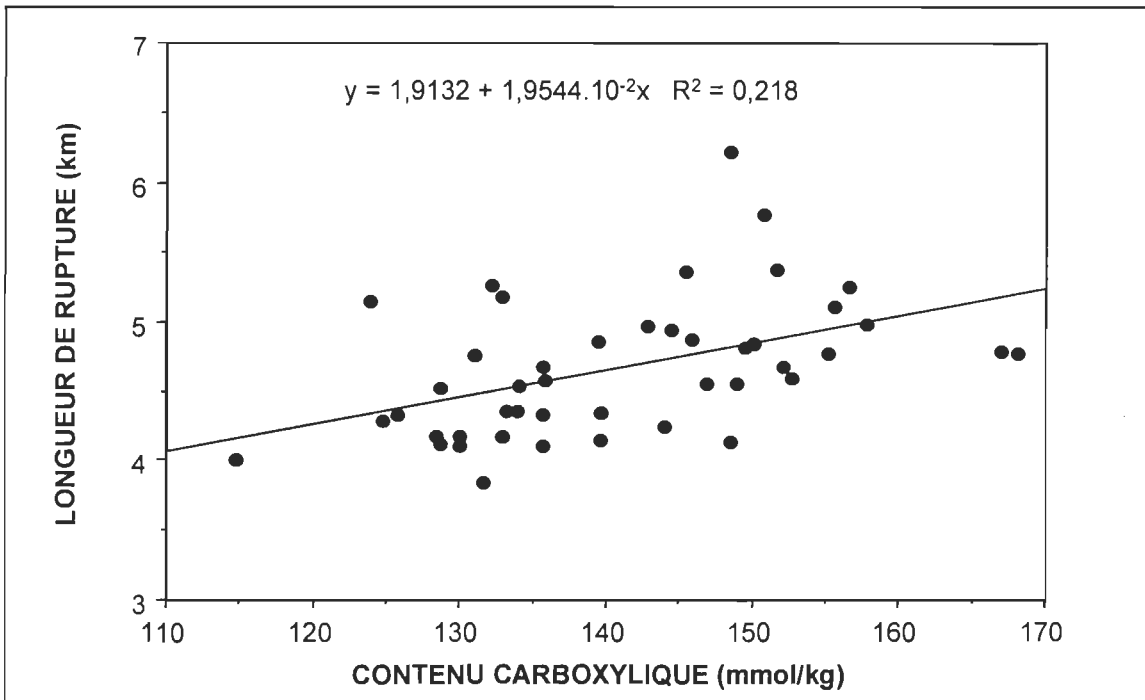


FIGURE 5.76 La longueur de rupture en fonction du contenu carboxylique pour le papier journal recyclé.

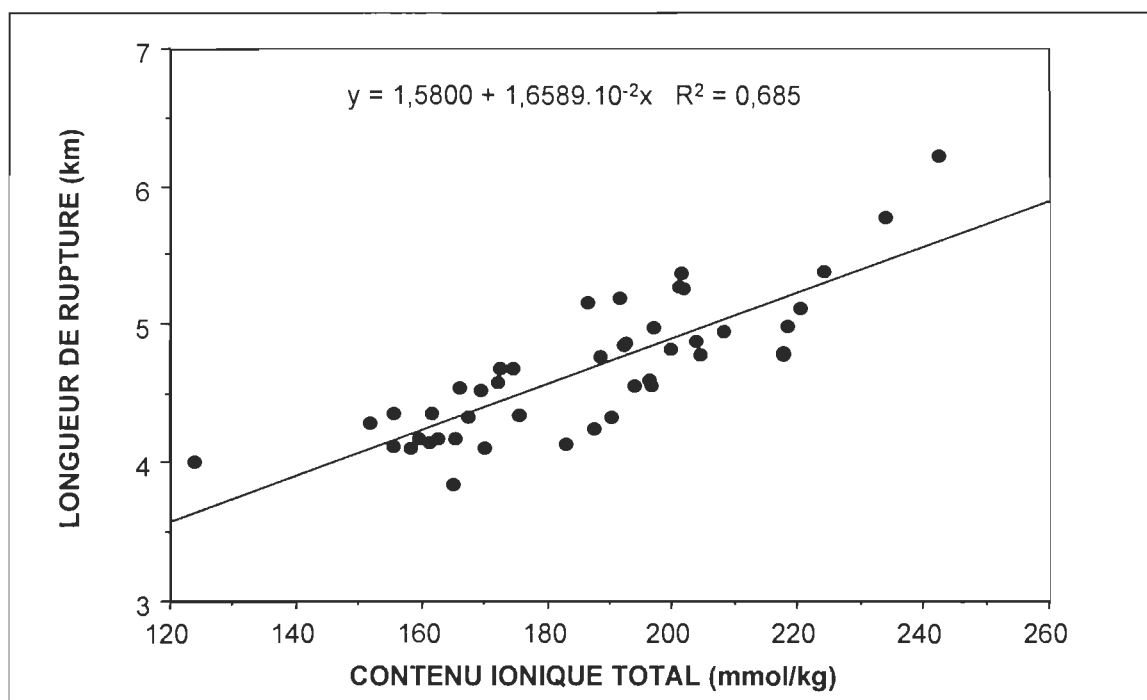


FIGURE 5.77 La longueur de rupture en fonction du contenu ionique total pour le papier journal recyclé.

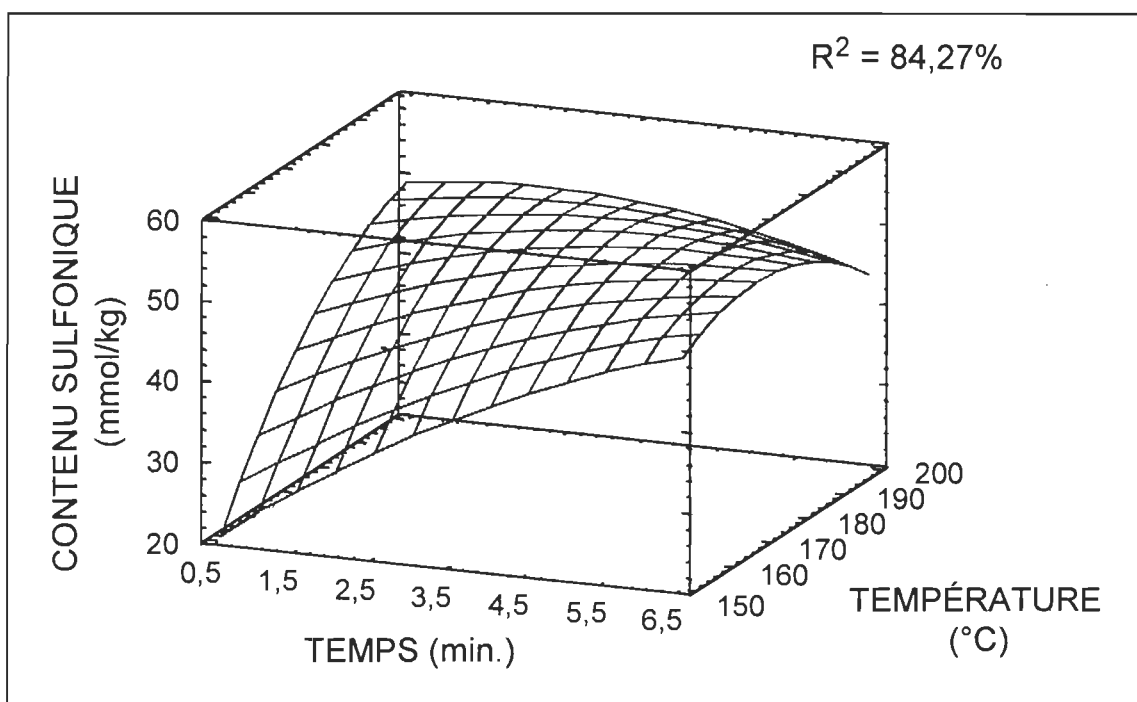


FIGURE 5.78 L'influence du temps et de la température sur le contenu sulfonique de la pâte recyclée issue du papier journal.

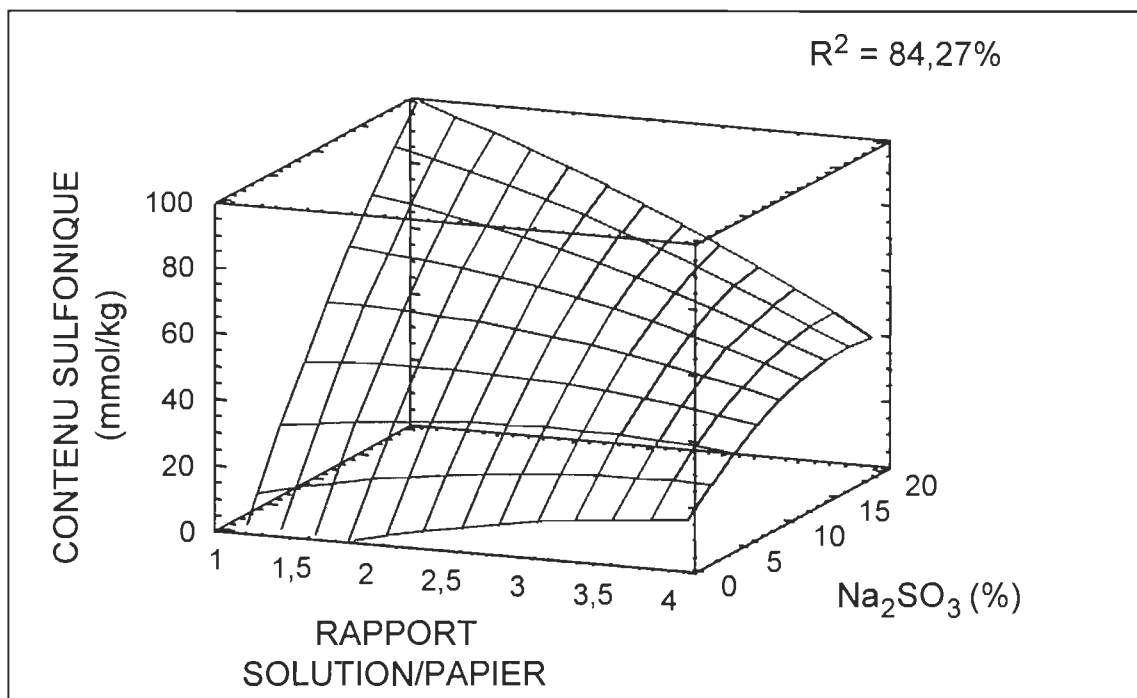


FIGURE 5.79 L'influence du rapport solution/papier et du sulfite de sodium sur le contenu sulfonique de la pâte recyclée issue du papier journal.

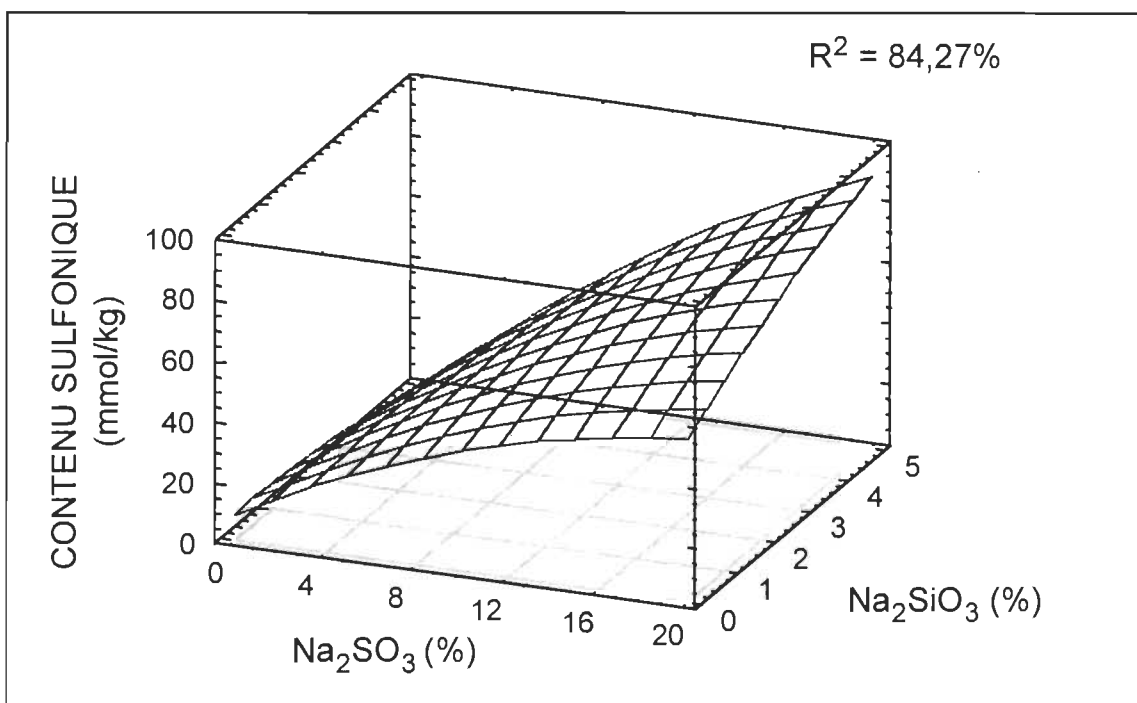


FIGURE 5.80 L'influence du sulfite de sodium et du silicate de sodium sur le contenu sulfonique de la pâte recyclée issue du papier journal.

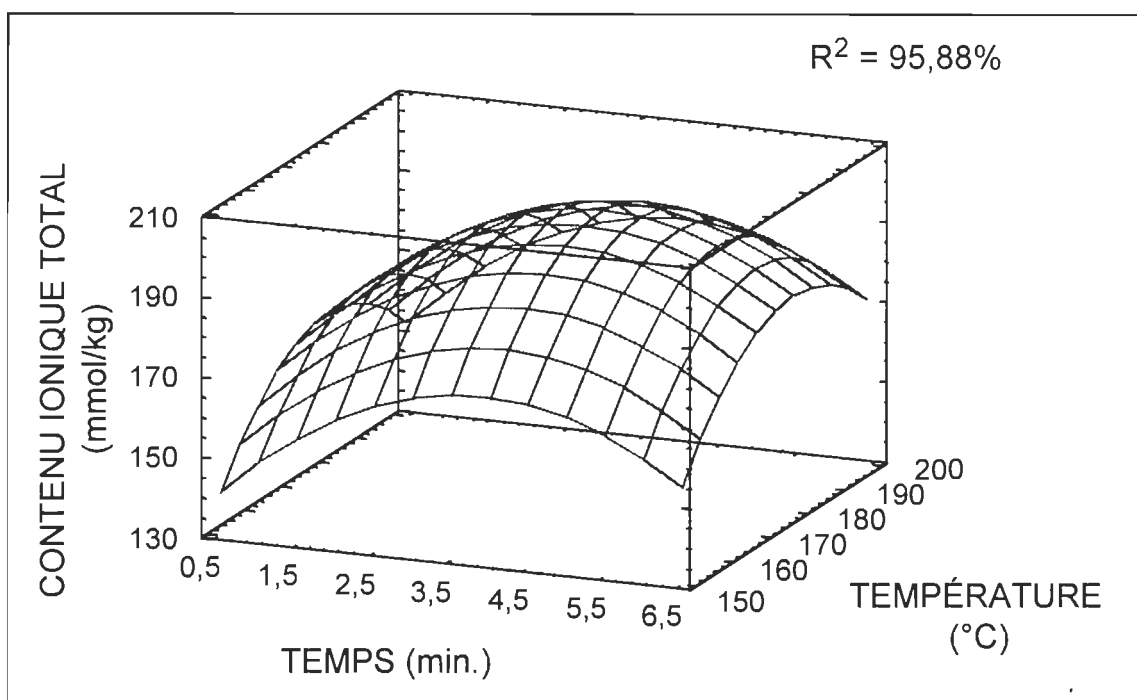


FIGURE 5.81 L'influence du temps et de la température sur le contenu ionique total de la pâte recyclée issue du papier journal.

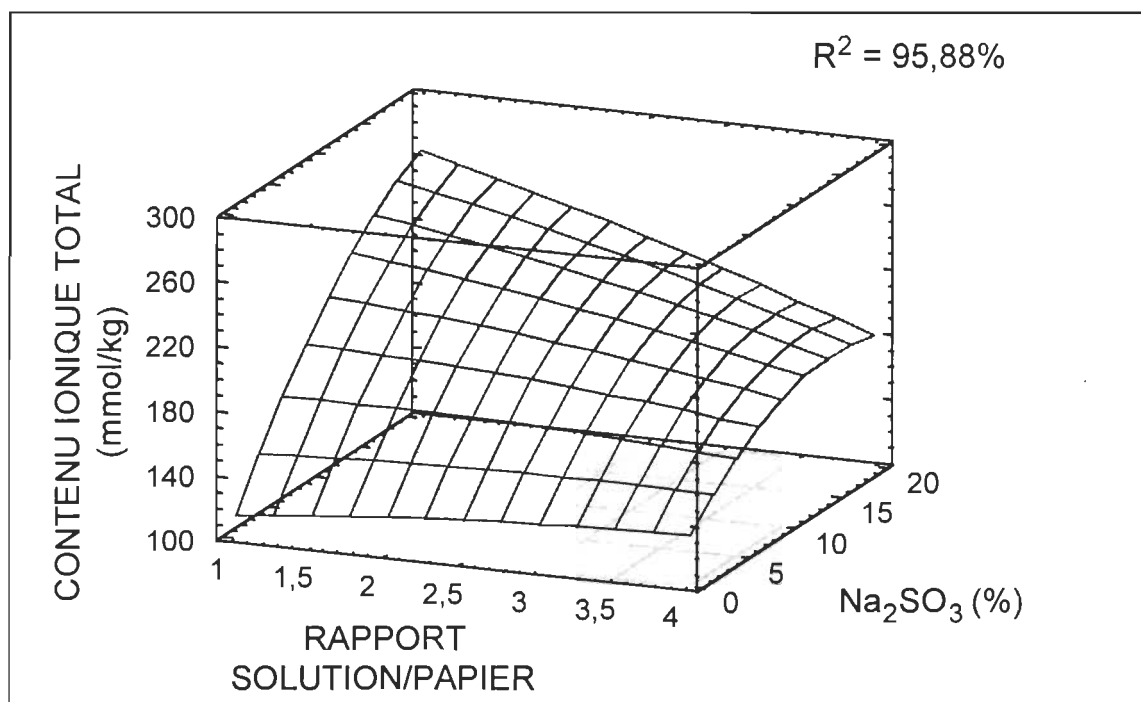


FIGURE 5.82 L'influence du rapport solution/papier et de la température sur le contenu ionique total de la pâte recyclée issue du papier journal.

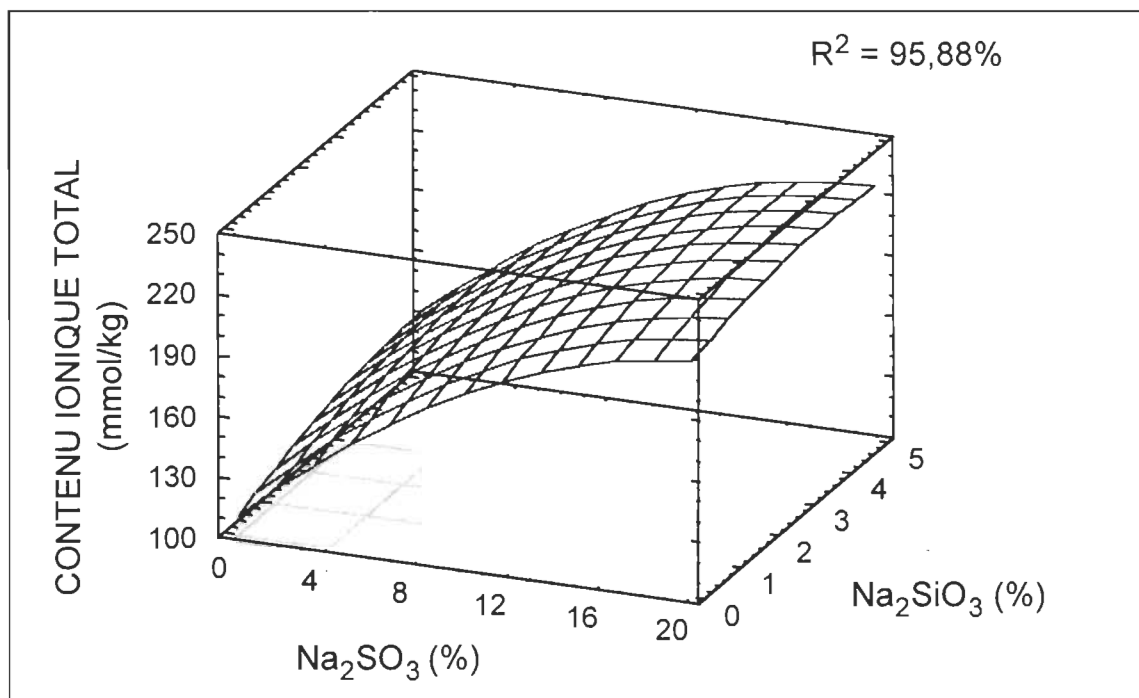


FIGURE 5.83 L'influence du sulfite de sodium et du silicate de sodium sur le contenu ionique total de la pâte recyclée issue du papier journal.

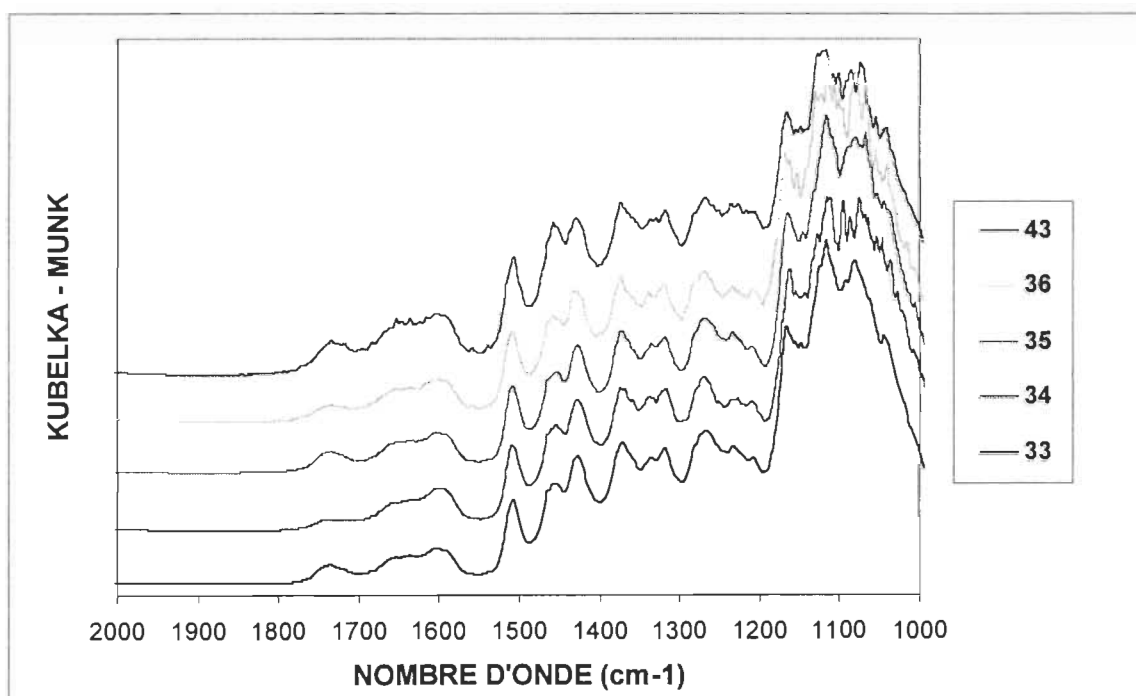


FIGURE 5.84 Les spectres infrarouges par la transformée de Fourier du papier journal recyclé.

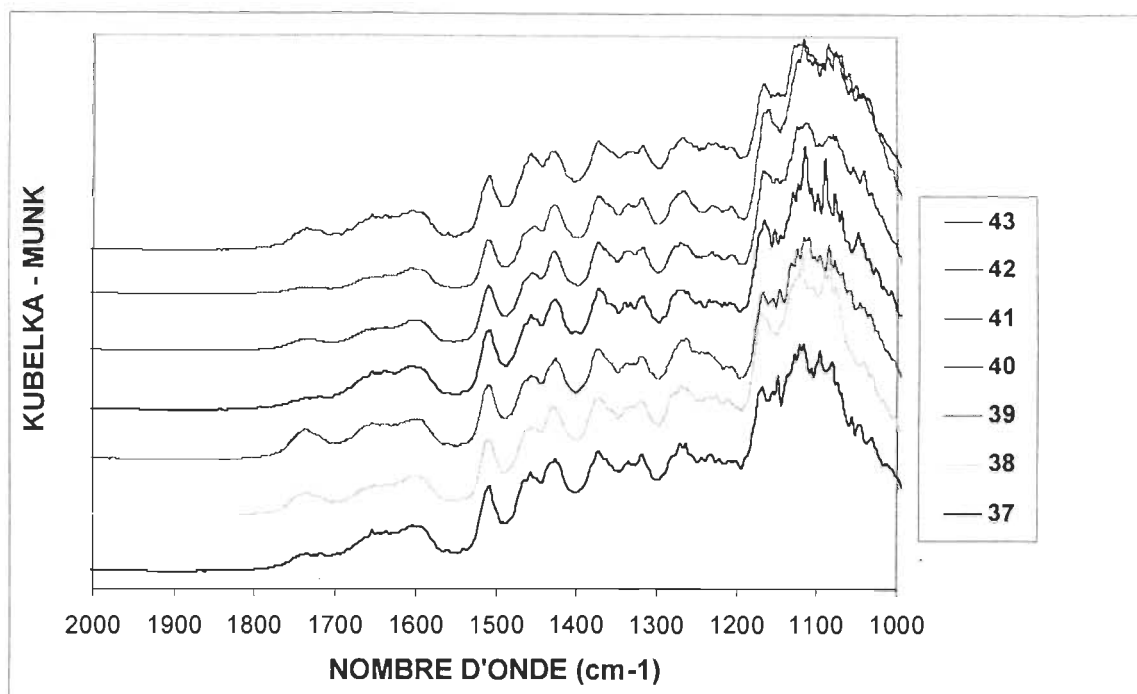


FIGURE 5.85 Les spectres infrarouges par la transformée de Fourier du papier recyclé.

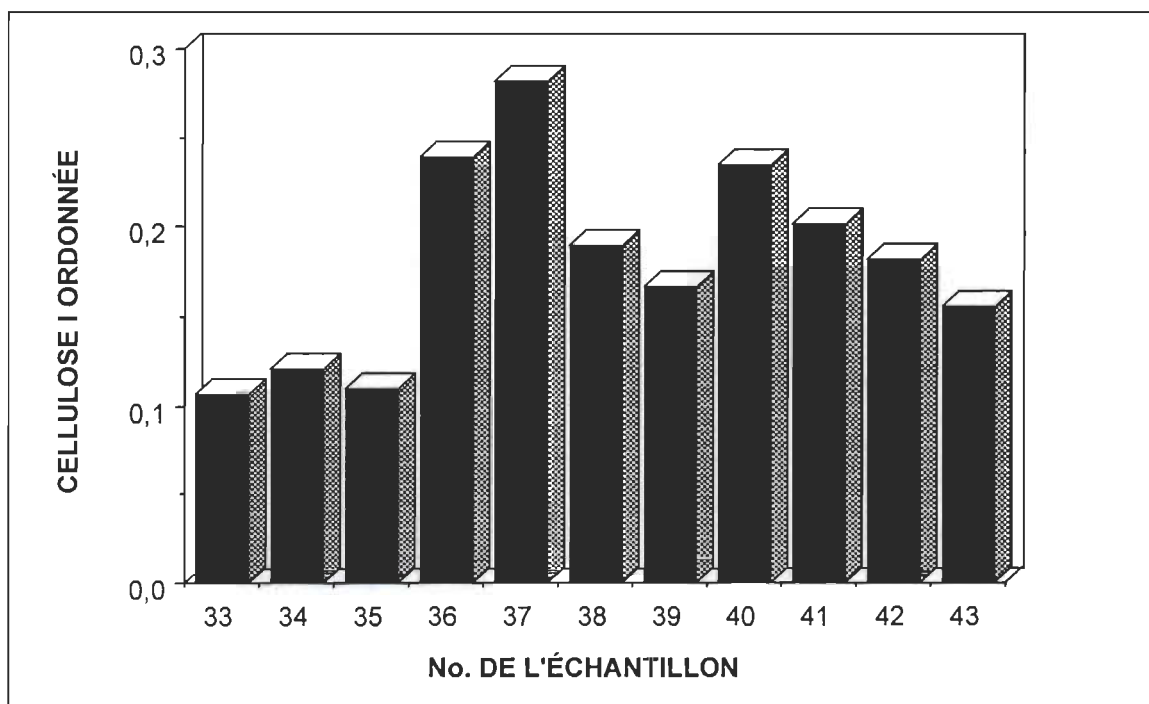


FIGURE 5.86 La cellulose I ordonnée pour la partie «d'étoile» du plan expérimental pour le papier journal recyclé.

5.2.5 La longueur des fibres du papier journal recyclé.

La classification des fibres selon Bauer-McNett est montrée dans le tableau 5.9 et la distribution des fibres en trois catégories, longue (M14+M28), moyenne (M48+M100) et courte (M200+P200), dans la figure 5.87. Seule l'expérience No. 39 sans le sulfite de sodium montre une légère baisse de la fraction longue, ce qui, peut-être, révèle le coupage des fibres lors de l'explosion.

La longueur des fibres du papier recyclé influence surtout la résistance au déchirement. Mais, dans la figure 5.88, on voit que le facteur L, qui représente la somme en pourcentage des fibres retenues sur le tamis de mailles 14, 28 et 48, n'a pas d'effet sur l'indice de déchirure; sa corrélation avec la longueur de rupture est de 11% seulement. Les changements de la longueur des fibres et de l'indice de déchirure ne sont pas significatifs dans notre plan expérimental. L'influence de la longueur des fibres sur la résistance à la traction se montre aussi non-significative. Le coefficient de corrélation de la longueur de rupture versus le facteur L est de 3% seulement.

La résistance au déchirement dépend davantage de la densité du papier que de la longueur des fibres (voir la figure 5.89). L'augmentation de l'indice de déchirure, en diminuant la densité du papier, pourrait avoir pour cause l'enchevêtrement des fibres supérieures dans les feuilles ayant une main de papier plus élevée.

TABLEAU 5.9 La distributions des fibres de Bauer-McNett, le facteur S et l'indice de rétention de l'eau de la fraction M45 pour la partie «étoile» du plan expérimental.

| No. | M14 (%) | M28 (%) | M48 (%) | M100 (%) | M200 (%) | P200 (%) | FL (%) | FS (mL) | WRV* (%) |
|-----|------------|------------|------------|-------------|-------------|-------------|--------|------------|-------------|
| 33 | 12,2 | 30,6 | 19,9 | 16,2 | 7,2 | 13,9 | 62,7 | 539 | 150,3 |
| 34 | 11,4 | 31,4 | 19,1 | 15,8 | 6,2 | 16,1 | 61,9 | 512 | 148,8 |
| 35 | 12,1 | 31,3 | 19,9 | 16,6 | 7,5 | 12,6 | 63,3 | 538 | 141,9 |
| 36 | 11,3 | 31,5 | 19,5 | 16,1 | 7,3 | 14,3 | 62,3 | 547 | 150,3 |
| 37 | 11,1 | 32,1 | 19,4 | 15,9 | 7,8 | 13,7 | 62,6 | 551 | 150,2 |
| 38 | 12,2 | 31,0 | 19,5 | 15,9 | 7,6 | 13,8 | 62,7 | 544 | 141,7 |
| 39 | 11,2 | 30,3 | 19,7 | 16,2 | 7,8 | 14,8 | 61,2 | 557 | 140,2 |
| 40 | 11,9 | 31,1 | 18,7 | 14,8 | 7,7 | 15,8 | 61,7 | 515 | 152,2 |
| 41 | 11,7 | 31,0 | 19,2 | 15,8 | 6,6 | 15,7 | 61,9 | 534 | 152,9 |
| 42 | 11,6 | 30,7 | 18,9 | 15,4 | 7,1 | 16,3 | 61,2 | 546 | 150,7 |
| 43 | 12,2 | 31,0 | 19,3 | 15,8 | 7,5 | 14,2 | 62,5 | 549 | 144,8 |

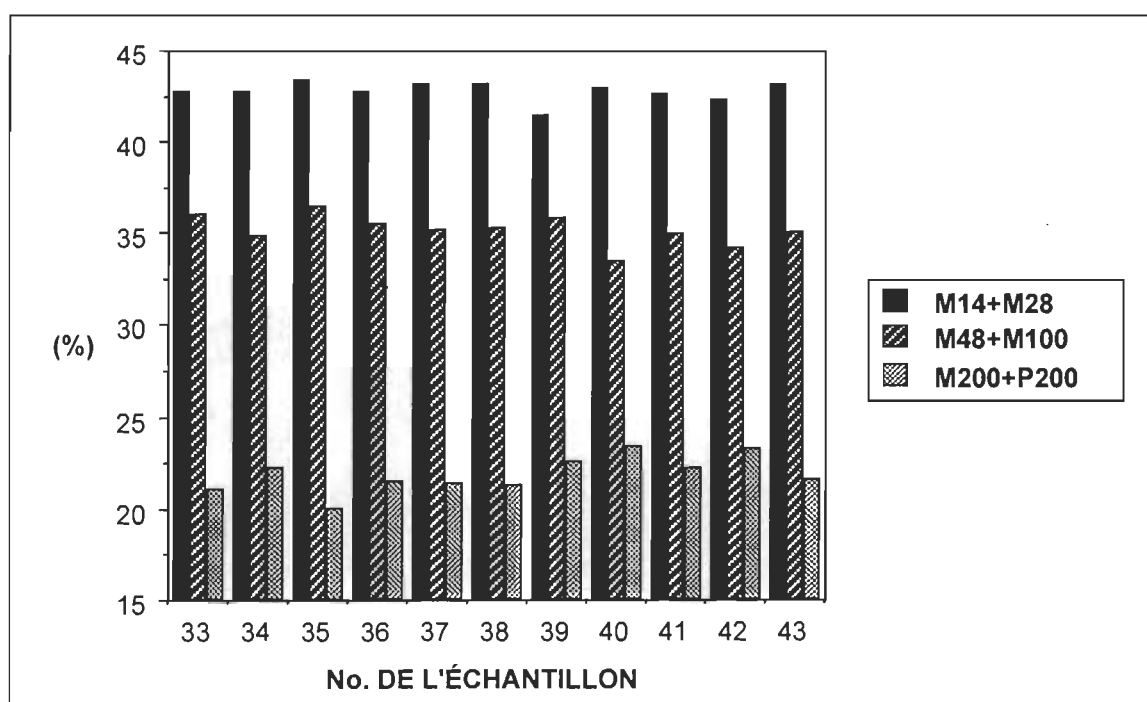


FIGURE 5.87 La distribution des fibres selon Bauer-McNett pour la partie étoile du plan expérimental.

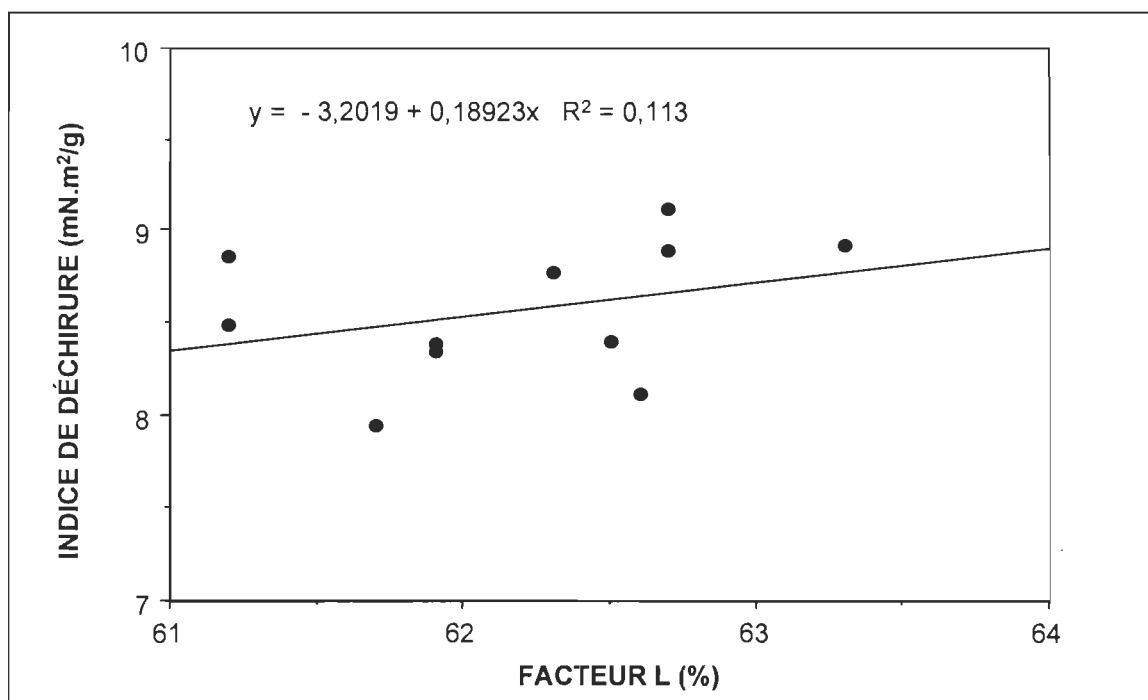


FIGURE 5.88 L'indice de déchirure en fonction de la longueur des fibres pour le papier journal recyclé.

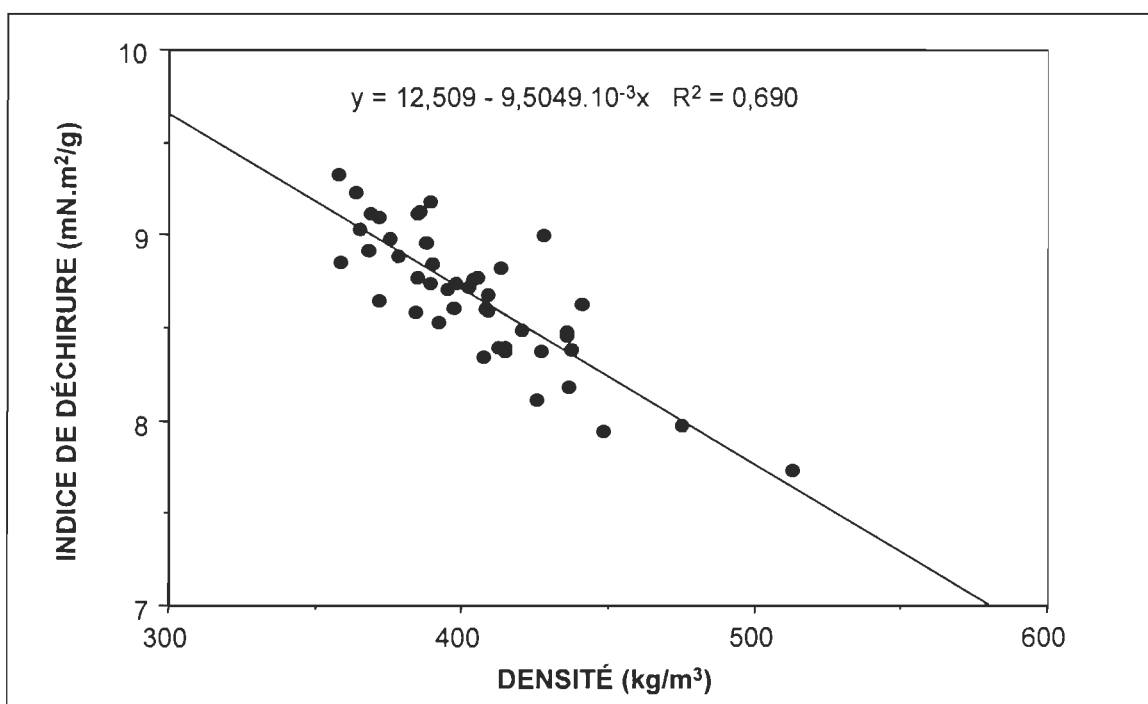


FIGURE 5.89 L'indice de déchirure en fonction de la densité du papier pour le papier journal recyclé.

5.2.6 L'analyse d'image du papier journal recyclé.

Les résultats des points extrêmes du plan expérimental sont montrés dans la figure 5.90 pour les particules d'encre de 1 μm jusqu'à 30 μm , dans la figure 5.91 pour les particules d'encre de 30 μm jusqu'à 60 μm et dans la figure 5.92 pour les particules d'encre de 60 μm jusqu'à 100 μm . Les diagrammes montrent le nombre total et la distribution des particules d'encre selon leur diamètre pour les expériences Nos 33 - 43. Chaque paire de deux expériences nous permet d'évaluer un effet du procédé de recyclage assisté à la vapeur. Par exemple, la variation du temps de traitement caractérise les expériences Nos 33 et 34, la température caractérise les expériences Nos 35 et 36, etc. Un seul facteur est varié à la fois et les autres facteurs sont fixés au centre du plan expérimental. La quantité de taches diminue en augmentant le diamètre des particules d'encre. Les effets de la température et du temps de traitement sont négligeables sur le nombre total.

On constate dans les figures 5.93 et 5.94 des expériences Nos 33 et 34, qui montrent des images microscopiques de l'encre résiduelle, que la taille des taches est presque identique. Le facteur de la température a révélé des images semblables. La quantité d'encre au centre du plan expérimental (voir la figure 5.100) est comparable avec l'encre dans les expériences Nos 33 et 34.

L'expérience No. 37, pour laquelle le rapport solution/papier est égal à 1, nous montre une quantité importante de taches de petite taille. On constate, en visualisant les images microscopiques (voir les figures 5.95 et 5.96) que l'encre ne fut pas entièrement décrochée de la surface des fibres. Cette encre est impossible à éliminer par le procédé de lavage. Sur les images

microscopiques, on trouve également des particules d'encre de petite taille. Lors de la dispersion de l'encre, l'eau est le milieu où l'encre est dispersée. Nous supposons que lors de cette expérience, le taux solution/papier était trop bas et la quantité d'eau insuffisante pour permettre le décrochage de l'encre et sa dispersion dans l'eau en de petites particules. L'expérience No. 38 confirme cette hypothèse, car l'analyse d'image, dans ce cas, ne révèle pas de fibres avec l'encre non décrochée.

Dans l'expérience No. 42, la charge maximale du silicate de sodium démontre une quantité importante de taches qui dépassent la limite du non-visible par l'oeil nu, soit 50 μm (voir les figures 5.91 et 5.92). Ce type de particule d'encre ne peut pas être éliminé par le lavage, car le procédé de lavage fonctionne bien uniquement pour les particules de moins de 10 μm . De plus, ces particules d'encre apparaissent comme des impuretés sur le papier. Dans les figures 5.97, 5.98 et 5.99, on voit que les agrégats d'encre ne sont pas accrochés sur la surface des fibres, mais qu'ils sont captés par les fibres dans la feuille. Le silicate de sodium peut provoquer l'émulsion des véhicules d'encre à base d'huiles végétales, rendant ainsi les particules d'encre susceptible à la coalescence. Le silicate de sodium hydrolyse bien le liant de l'encre (les résines alkydes) et la rend ainsi plus coagulante et capable de former des agrégats plus grands. On doit considérer l'emploi de la flottation si le système d'épuration n'arrive pas à les éliminer. L'effet du silicate de sodium à haute concentration est donc non désirable à cet égard, car il faudrait alors ajouter le coût du système de la flottation. Mais il est possible que le silicate aide à améliorer le décrochage de l'encre de la surface fibreuse.

L'expérience au centre du plan factoriel ne montre pas de grands agrégats d'encre et les résultats sont semblables aux expériences Nos 33 - 36 et 38 - 41. Même si la quantité d'encre résiduelle présente dans le papier final est petite, il est utile de présenter son effet sur la blancheur en la comparant avec le coefficient de jaunissement b^* . Les figures 5.101 et 5.102 démontrent bien qu'une concentration d'encre résiduelle élevée ainsi que la présence de particules d'encre de petite taille abaissent la blancheur.

Le coefficient de jaunissement, dans la figure 5.103, nous démontre une incidence semblable sur la blancheur, mais a un coefficient de corrélation plus élevé. Il est donc nécessaire de bien contrôler les facteurs affectant le jaunissement durant le traitement de dispersion.

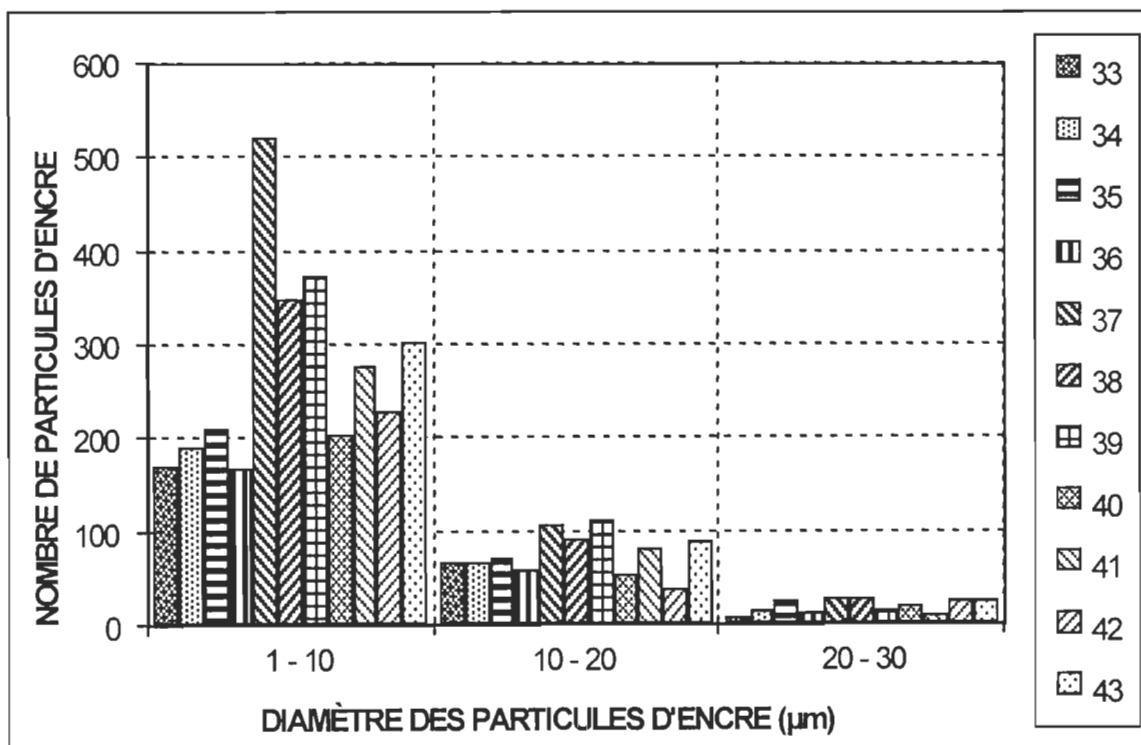


FIGURE 5.90 La distribution des particules d'encre de 1 µm jusqu'à 30 µm pour les expériences Nos 33 - 43.

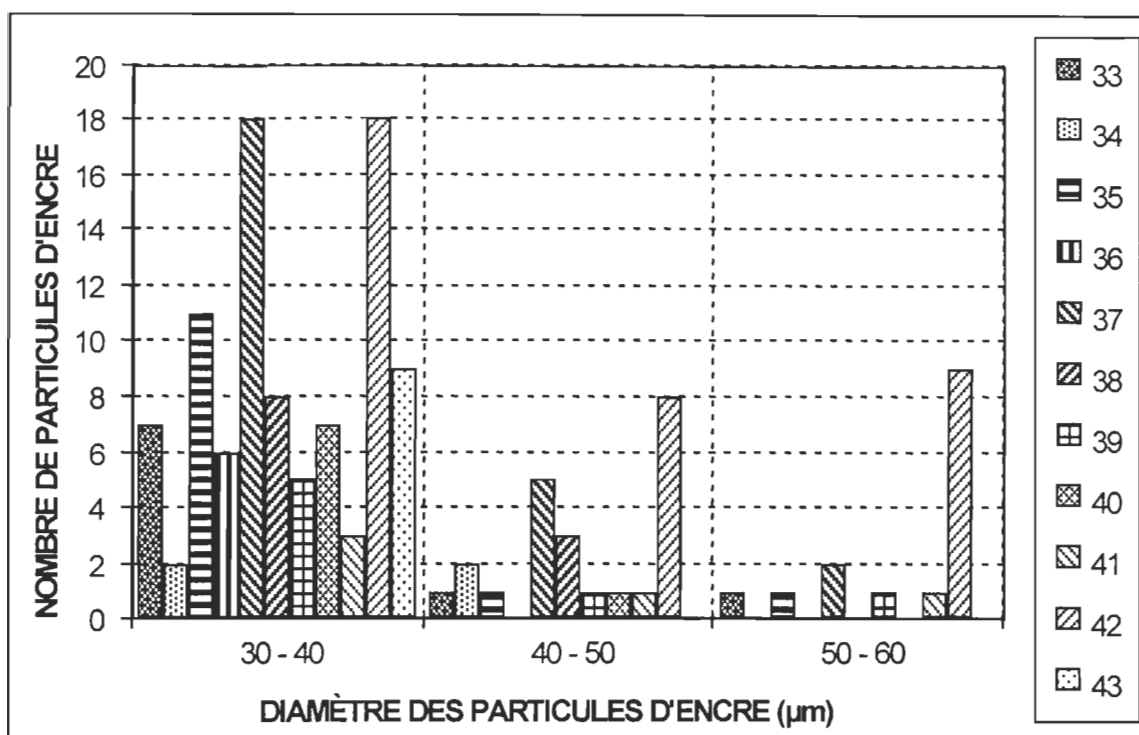


FIGURE 5.91 La distribution des particules d'encre de 30 µm jusqu'à 60 µm pour les expériences Nos 33 - 43.

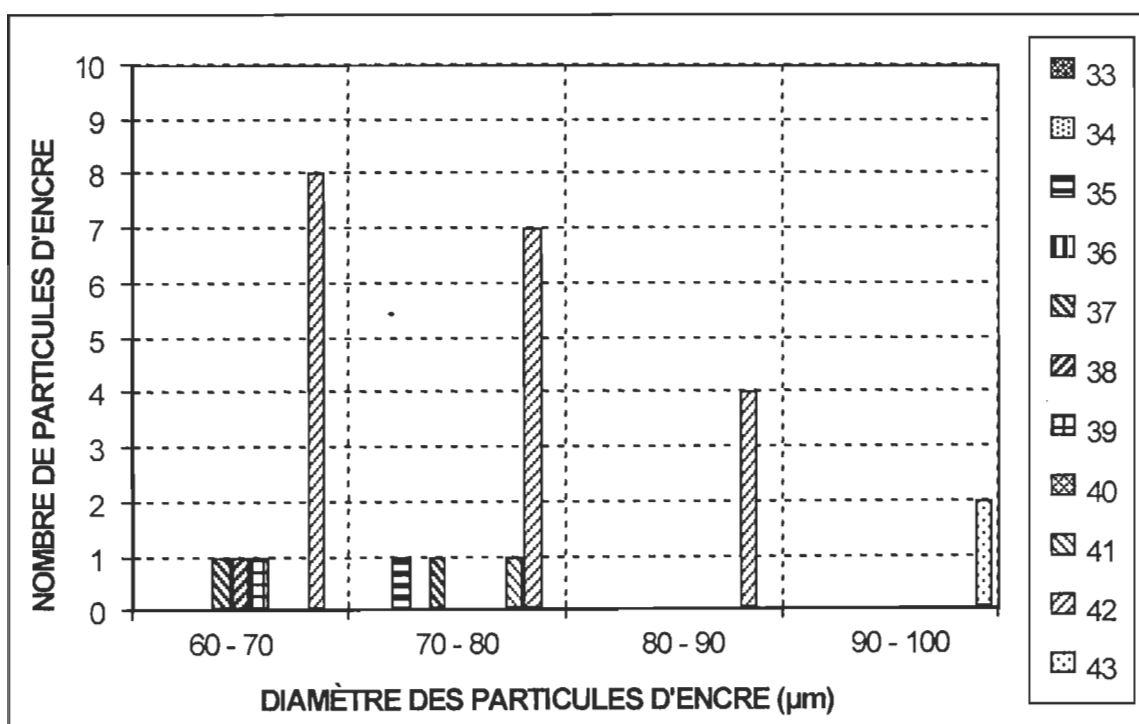


FIGURE 5.92 La distribution des particules d'encre de 60 µm jusqu'à 100 µm pour les expériences Nos 33 - 43.

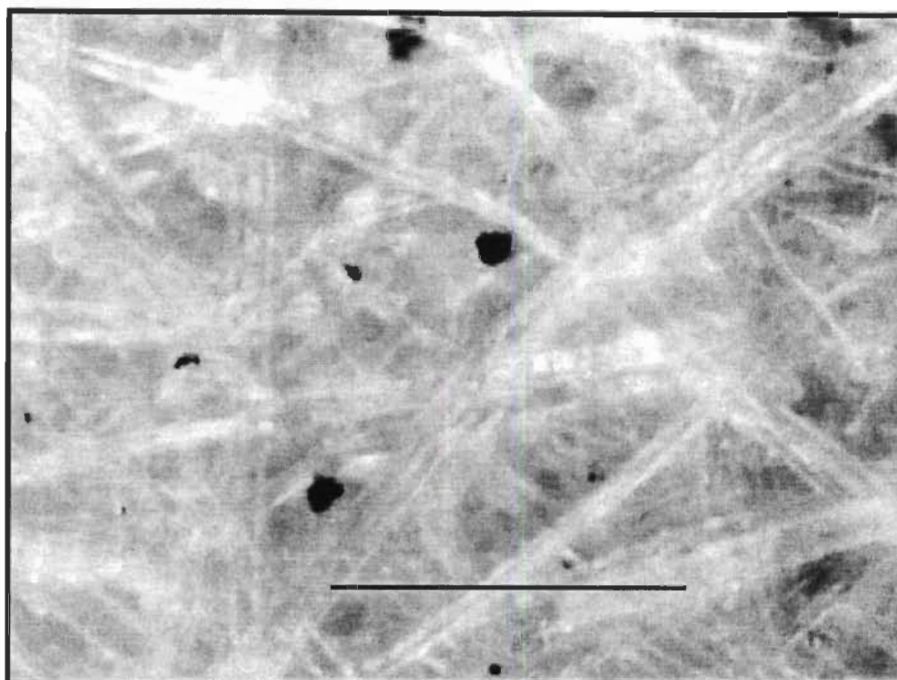


FIGURE 5.93 L'image microscopique de l'encre résiduelle de l'expérience No. 33. La ligne noire représente 200 μm .

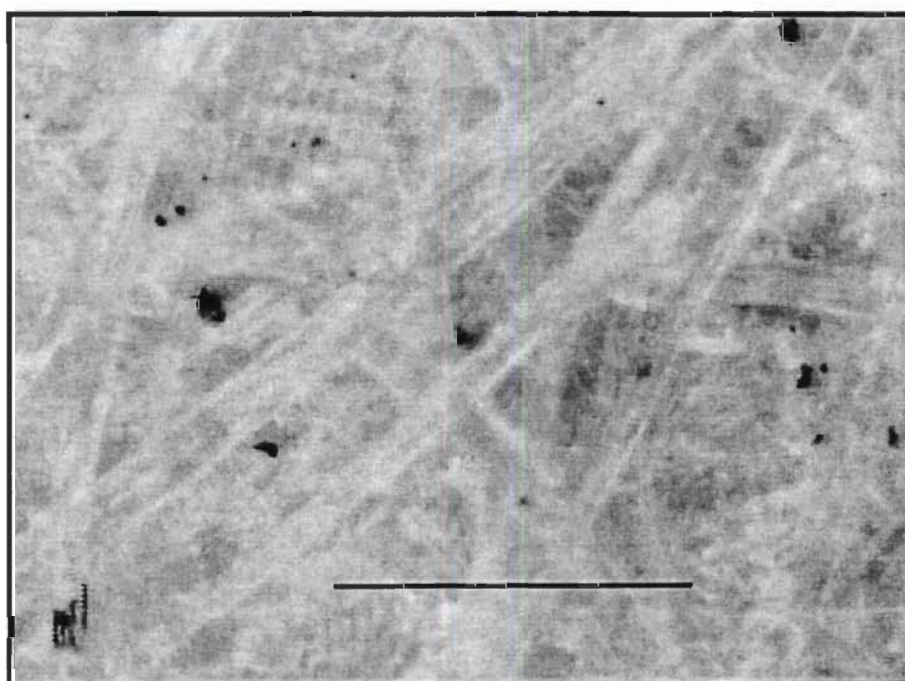


FIGURE 5.94 L'image microscopique de l'encre résiduelle de l'expérience No. 34. La ligne noire représente 200 μm .

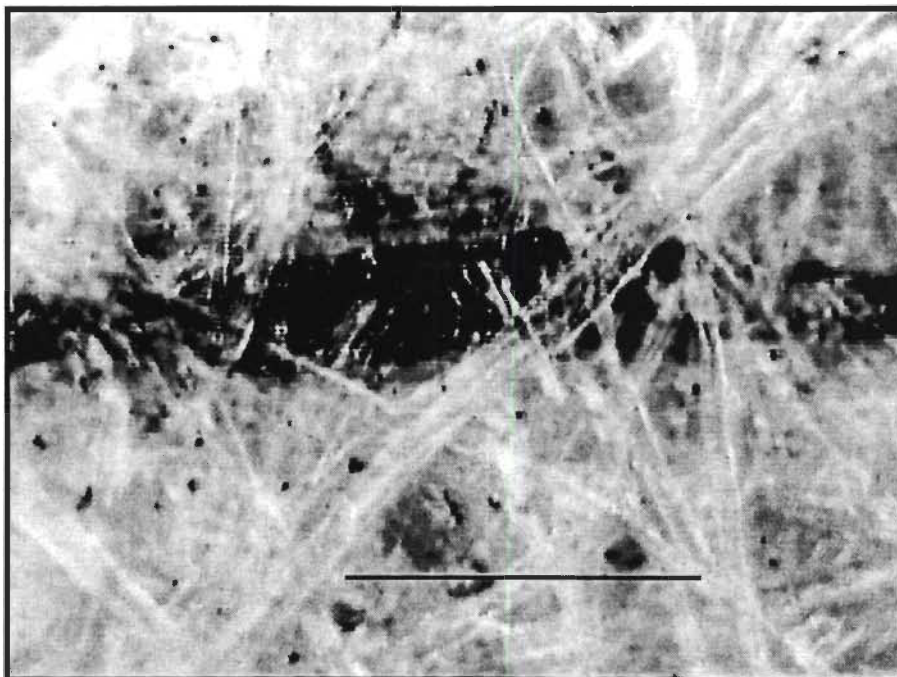


FIGURE 5.95 L'image microscopique de l'encre résiduelle de l'expérience No. 37. La ligne noire représente 200 μm .

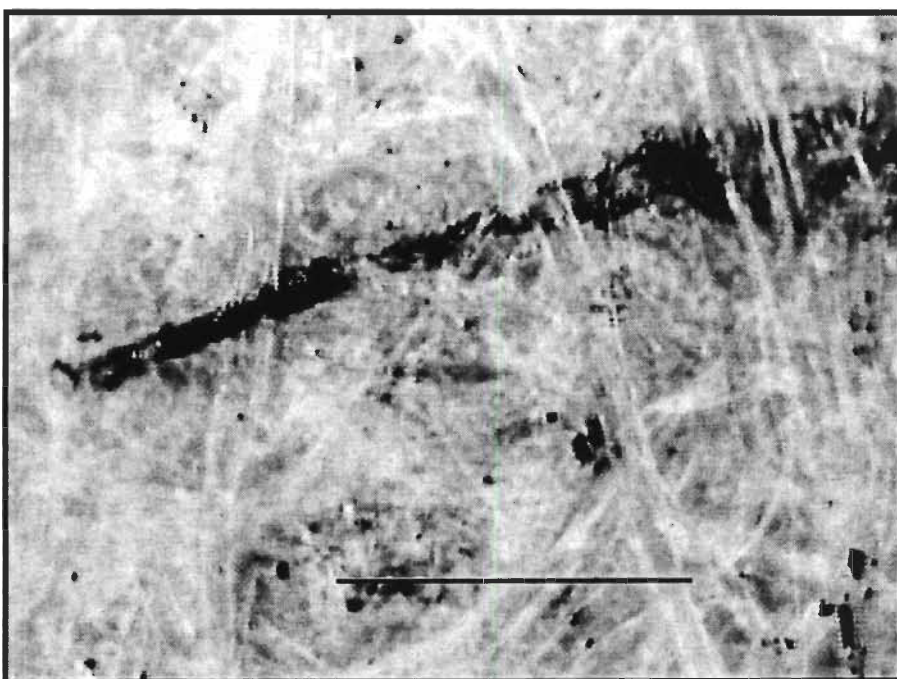


FIGURE 5.96 L'image microscopique de l'encre résiduelle de l'expérience No. 37. La ligne noire représente 200 μm .

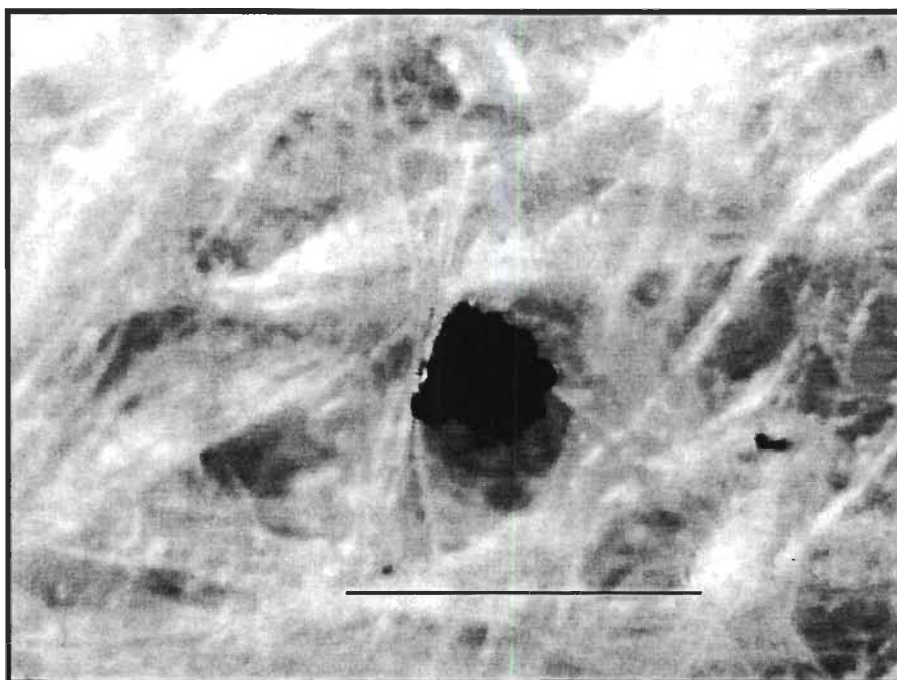


FIGURE 5.97 L'image microscopique de l'encre résiduelle de l'expérience No. 42. La ligne noire représente 200 μm .

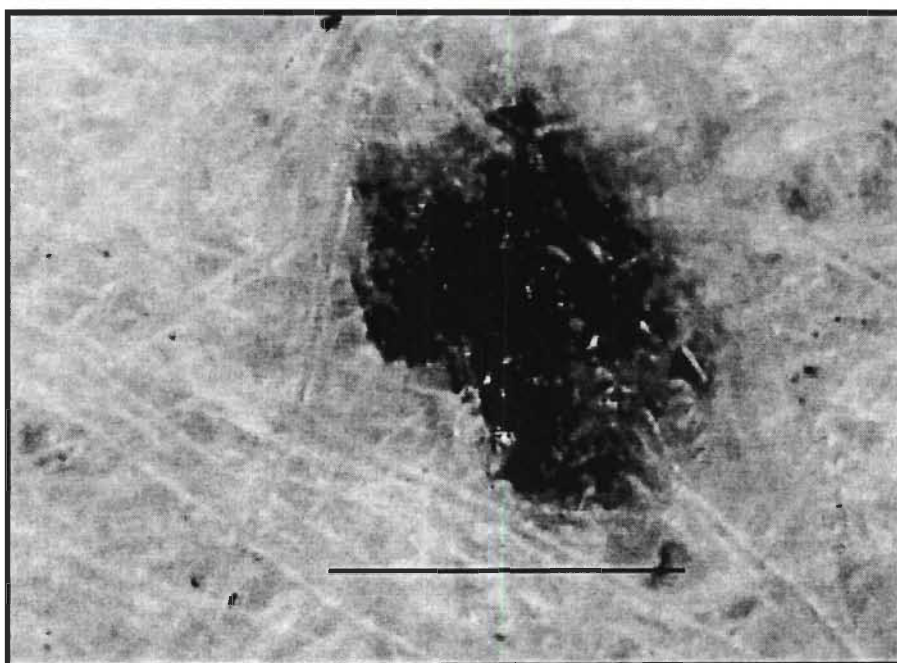


FIGURE 5.98 L'image microscopique de l'encre résiduelle de l'expérience No. 42. La ligne noire représente 200 μm .

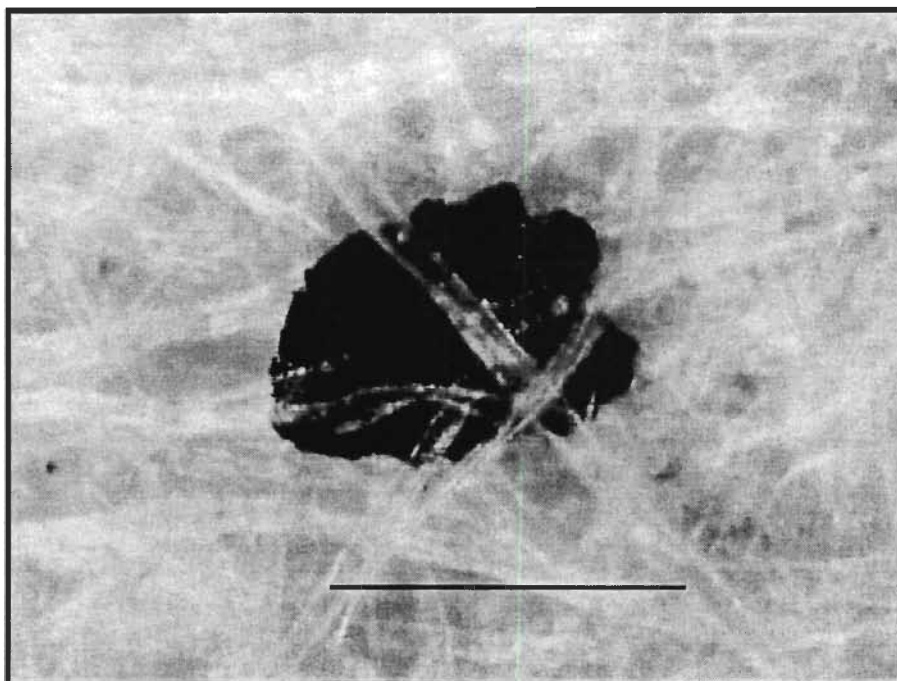


FIGURE 5.99 L'image microscopique de l'encre résiduelle de l'expérience No. 42. La ligne noire représente 200 μm .

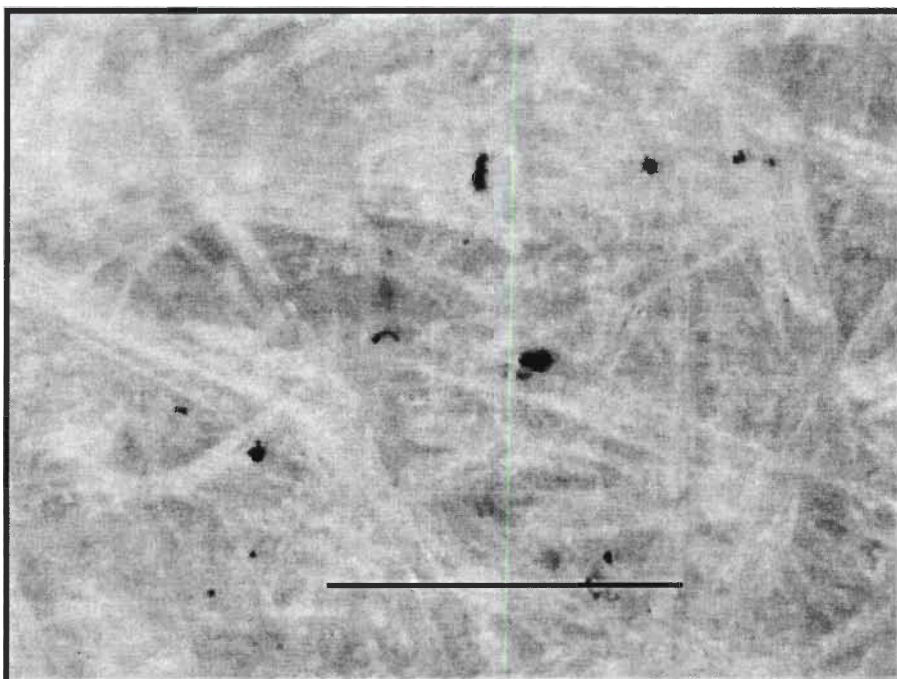


FIGURE 5.100 L'image microscopique de l'encre résiduelle de l'expérience No. 43. La ligne noire représente 200 μm .

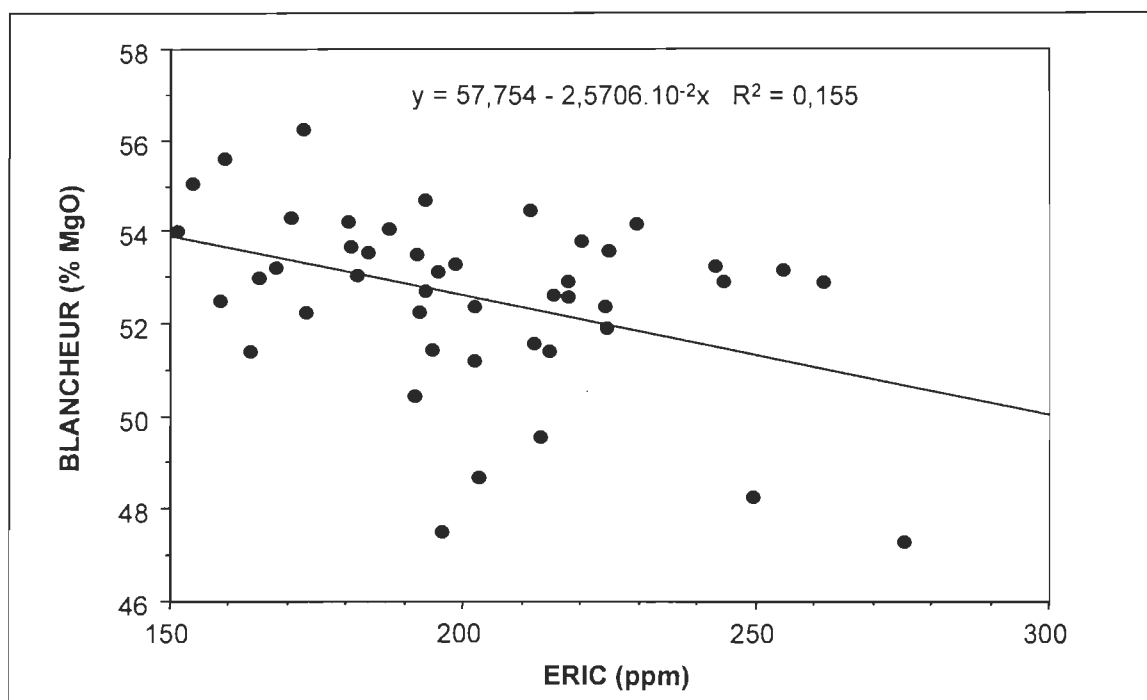


FIGURE 5.101 La blancheur en fonction de la concentration réelle de l'encre résiduelle dans le papier journal recyclé.

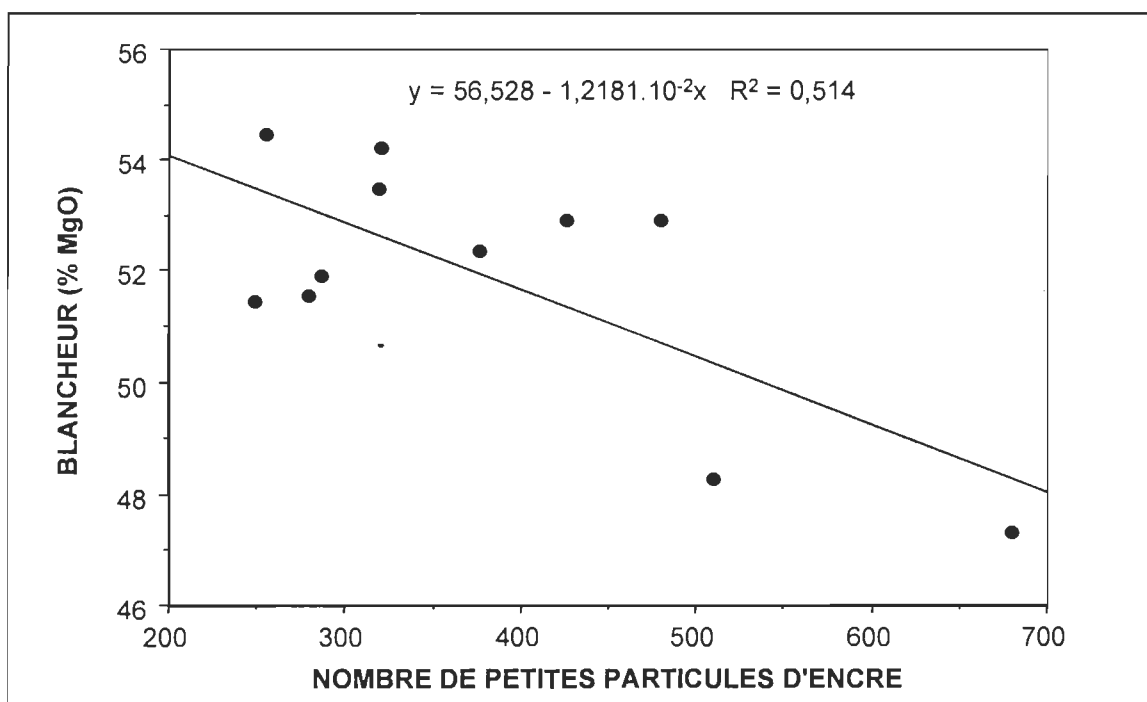


FIGURE 5.102 La blancheur en fonction du nombre de particules d'encre de petite taille (1 - 50 μm).

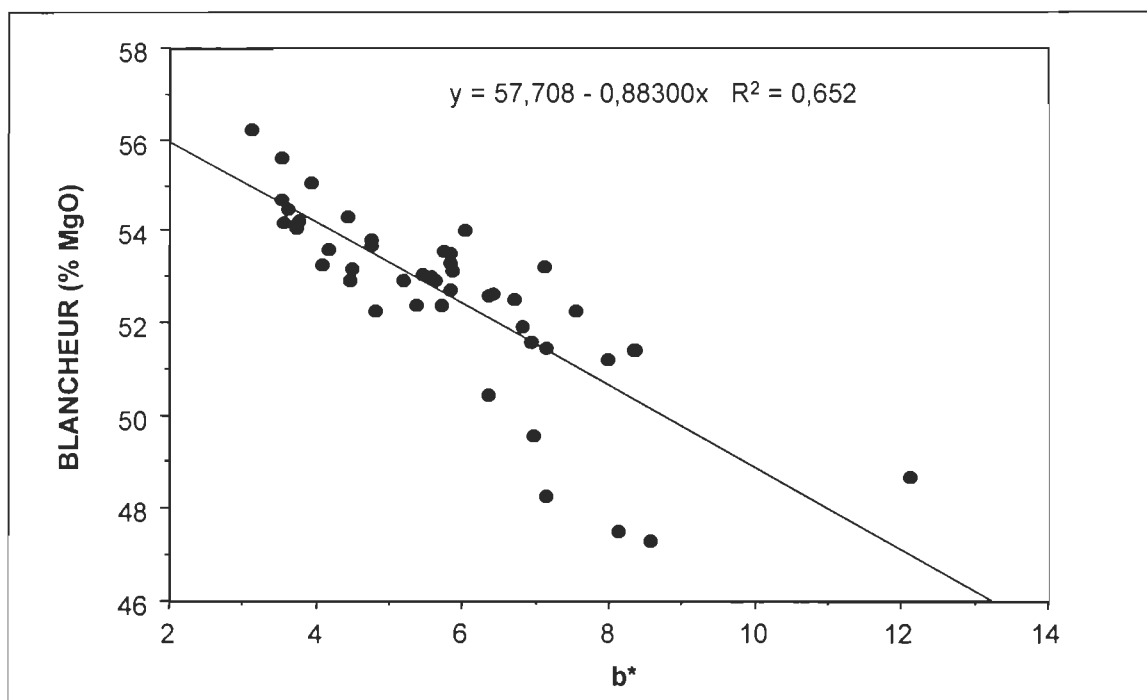


FIGURE 5.103 La blancheur en fonction de la couleur du papier journal recyclé.

5.2.7 Les recommandations concernant les conditions opérationnelles du procédé de recyclage par explosion.

Lors du développement d'un nouveau procédé, il est très important d'optimiser les conditions opérationnelles du procédé et de comparer sa performance avec les procédés déjà existants.

Les propriétés optiques de la pâte recyclée, telles la blancheur et la propreté, sont parmi les plus importantes. Pour obtenir la meilleure blancheur, il faut traiter le vieux papier journal pendant un temps court à une température basse de 165 °C. Nous proposons un temps court de 30 secondes ou 1 minute. Le rapport solution/papier optimal trouvé dans cette étude est 2,5 lequel est aussi nécessaire pour une bonne dispersion de l'encre. L'ajout du sulfite de

sodium a un effet bénéfique sur la blancheur. On propose d'utiliser 10% de sulfite de sodium avec la récupération du sulfite de sodium non-consommé.

Par contre, pour obtenir les meilleures propriétés mécaniques, il faudra employer une température et un temps de cuisson plus élevés. Ces conditions opérationnelles peuvent être utilisées pour la production des papiers qui exigent des propriétés mécaniques améliorées et pour lesquels la blancheur n'est pas un facteur important à considérer. Par exemple, la résistance en éclatement du papier journal peut être plus que doublée en utilisant les conditions opérationnelles, comme illustré dans le tableau 3.2 pour l'expérience No. 28, soit 4,76 min.; 185,5 °C; 14,2% du Na_2SO_3 ; 3,6% du Na_2SiO_3 avec le rapport solution/papier 1,9. Cependant, une quantité de produits chimiques plus élevée augmentera le coût de la pâte recyclée et influencera l'économie du procédé. La dissolution des hémicelluloses plus élevée, causée par les produits chimiques, augmentera aussi le coût nécessaire pour le traitement des eaux usées dans le procédé de recyclage.

5.2.8 Les relations entre les propriétés physico-chimiques de la pâte recyclée et les propriétés mécaniques et optiques du papier recyclé final, évaluées par les régressions linéaire et multilinéaire.

Lors du développement d'un nouveau procédé, il est très important d'évaluer sa performance. Puisque les conditions opérationnelles du procédé et les charges chimiques changent considérablement, il est donc nécessaire de trouver les paramètres qui influencent le plus les propriétés papetières. Les propriétés papetières sont directement influencées par les caractéristiques physico-chimiques des fibres. Ces caractéristiques pourraient prédire les

propriétés mécaniques et optiques du papier recyclé [81,82]. Il est ainsi possible d'établir un rapport entre les variables intermédiaires et les propriétés finales, sans prendre en considération les conditions du procédé. La figure 5.104 montre les interactions entre les conditions du procédé, les caractéristiques des fibres et les propriétés papetières.

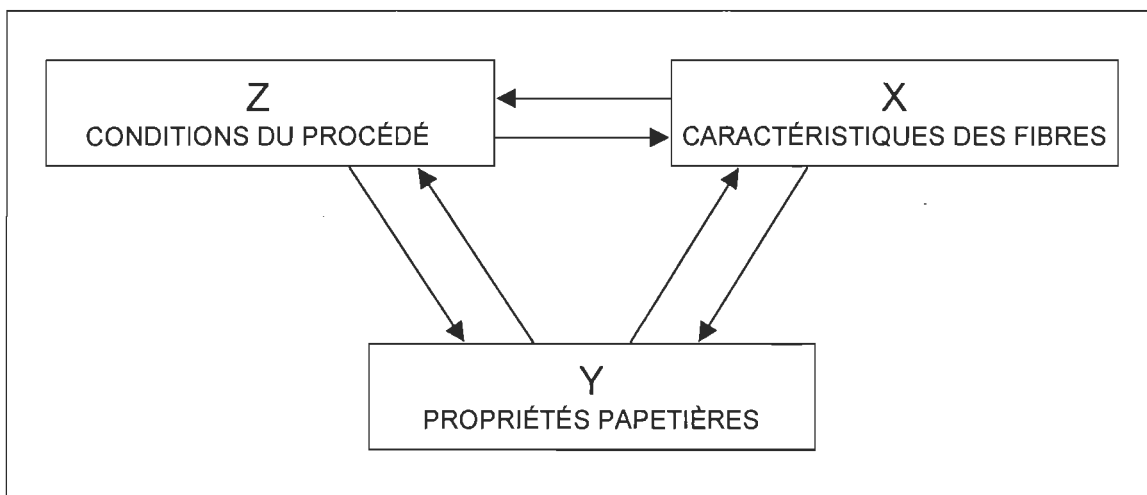


FIGURE 5.104 Schéma des interactions entre les propriétés papetières, les caractéristiques des fibres et les conditions du procédé.

Les paramètres du procédé (z) sont les suivants:

- z1 - Temps de cuisson (min.)
- z2 - Température de cuisson (°C)
- z3 - Rapport solution/papier
- z4 - Charge de sulfite de sodium (%)
- z5 - Charge de silicate de sodium (%)

Les paramètres intermédiaires (x) sont les suivants:

- x1 - Rendement après la cuisson(%)
- x2 - pH après la cuisson

| | | |
|-----|---|---|
| x3 | - | Indice d'égouttage (mL) |
| x4 | - | Temps de drainage (sec.) |
| x5 | - | Indice de rétention de l'eau (%) |
| x6 | - | Indice de rétention de l'eau de la fraction M45 (%) |
| x7 | - | Densité du papier (kg/m ³) |
| x8 | - | Porosité (mL/min.) |
| x9 | - | Fines M200 + P200 (%) |
| x10 | - | Facteur L |
| x11 | - | Facteur S |
| x12 | - | Contenu sulfonique (mmol/kg) |
| x13 | - | Contenu carboxylique (mmol/kg) |
| x14 | - | Contenu ionique total (mmol/kg) |

Les propriétés mécaniques et optiques (y) sont les suivantes:

| | | |
|----|---|---|
| y1 | - | Longueur de rupture (km) |
| y2 | - | Indice d'éclatement (kPa.m ² /g) |
| y3 | - | Indice de déchirure (mN.m ² /g) |
| y4 | - | Blancheur (% MgO) (feuilles de 3 g) |
| y5 | - | Gain de blancheur (% MgO) |
| y6 | - | Opacité ISO (%) |
| y7 | - | Coefficient de diffusion de la lumière (cm ² /g) |
| y8 | - | b* |
| y9 | - | ERIC (ppm) |

Les coefficients de corrélation et leurs cumulatifs de régression linéaire des 14 variables sont montrés dans les tableaux 5.10 et 5.11. La densité, le contenu ionique total, le contenu sulfonique et la porosité donnent les meilleurs

cumulatifs de coefficients de corrélation. Cependant, un seul paramètre n'est pas suffisant pour établir une prédiction fiable. La régression multilinéaire pour deux variables permet de former des équations plus précises pour la prédiction.

On voit, dans les tableaux 5.12 et 5.13, les coefficients de corrélation des 12 meilleurs modèles pour deux variables. La combinaison de la porosité et du facteur S s'avère avoir le cumulatif de R^2 le plus haut. Le meilleur modèle proposé par Carrasco [81] pour deux variables est la combinaison du rendement et du contenu sulfonique. Mais le rendement, dans notre cas, ne donne pas de bonnes corrélations avec les propriétés papetières. La meilleure combinaison pour estimer les propriétés papetières pour les pâtes à haut rendement est la combinaison de la densité avec le contenu sulfonique [37]. Dans notre étude, cette combinaison se trouve parmi les 12 meilleures, selon le cumulatif des coefficients de corrélation (voir le tableau 7.11). Les équations générées par la régression multilinéaire pour estimer les propriétés papetières sont montrées dans les tableaux 7.14 et 7.15. La porosité et la densité du papier sont deux indicateurs de l'élasticité des fibres. Ainsi, le facteur de surface utilisé pour les liaisons inter-fibres est incorporé dans les équations. Le facteur S, pour sa part, caractérise le développement de la surface fibreuse. Le contenu sulfonique peut être un indicateur de la qualité de la surface employée pour les liaisons inter-fibres, car les groupes sulfoniques contribuent à la liaison d'hydrogène.

Malgré l'obtention de bonnes corrélations pour les propriétés papetières, cette analyse ne permet pas d'estimer les propriétés optiques, sauf le coefficient de diffusion de la lumière, qui a une liaison étroite avec la surface spécifique et les propriétés mécaniques. Dans les figures 5.105 et 5.106, la

dispersion de points près de la ligne centrale indique une bonne corrélation entre les valeurs calculées et mesurées, pour les propriétés mécaniques; en ce qui concerne la corrélation pour la blancheur, elle n'est que de 26,2% (voir la figure 5.107).

TABLEAU 5.10 Les coefficients de corrélation de la régression linéaire.

| | x1 | x2 | x3 | x4 | x5 | x6 | x7 | Σ |
|----------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|----------|
| y1 | 0,0182 | 0,0429 | 0,1154 | 0,3258 | 0,2068 | 0,4704 | 0,7521 | 1,9316 |
| y2 | 0,0070 | 0,0895 | 0,1060 | 0,2812 | 0,1920 | 0,5305 | 0,7788 | 1,9850 |
| y3 | 0,0057 | 0,0002 | 0,1524 | 0,2872 | 0,2009 | 0,4324 | 0,6900 | 1,7688 |
| y4 | 0,1005 | 0,2090 | 0,0472 | 0,0517 | 0,0707 | 0,0031 | 0,1325 | 0,6147 |
| y5 | 0,0087 | 0,0896 | 0,0856 | 0,0256 | 0,2421 | 0,1156 | 0,0705 | 0,6377 |
| y6 | 0,0148 | 0,1606 | 0,0205 | 0,3271 | 0,0415 | 0,5815 | 0,6558 | 1,8018 |
| y7 | 0,0087 | 0,1146 | 0,0285 | 0,3624 | 0,0424 | 0,6164 | 0,7728 | 1,9458 |
| y8 | 0,1312 | 0,0318 | 0,0592 | 0,2901 | 0,0906 | 0,0615 | 0,5976 | 1,2620 |
| y9 | 0,0071 | 0,0117 | 0,0001 | 0,1100 | 0,0105 | 0,2557 | 0,0200 | 0,4151 |
| Σ | 0,3019 | 0,7499 | 0,6149 | 2,0611 | 1,0975 | 3,0671 | 4,4701 | |

TABLEAU 5.11 Les coefficients de corrélation de la régression linéaire (suite).

| | x8 | x9 | x10 | x11 | x12 | x13 | x14 | Σ |
|----------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|----------|
| y1 | 0,6890 | 0,2132 | 0,0310 | 0,2170 | 0,7060 | 0,2180 | 0,6850 | 2,7592 |
| y2 | 0,6316 | 0,1955 | 0,0283 | 0,2191 | 0,8032 | 0,2291 | 0,7631 | 2,8699 |
| y3 | 0,6361 | 0,3148 | 0,1135 | 0,1833 | 0,5466 | 0,2353 | 0,5834 | 2,6130 |
| y4 | 0,1364 | 0,0494 | 0,0999 | 0,0835 | 0,0053 | 0,0012 | 0,0047 | 0,3804 |
| y5 | 0,1728 | 0,1896 | 0,1776 | 0,0159 | 0,0252 | 0,0000 | 0,0130 | 0,5941 |
| y6 | 0,3447 | 0,2352 | 0,0369 | 0,2977 | 0,7367 | 0,3642 | 0,8209 | 2,8363 |
| y7 | 0,3802 | 0,2549 | 0,0493 | 0,2678 | 0,7285 | 0,3326 | 0,7917 | 2,8050 |
| y8 | 0,4509 | 0,2441 | 0,2293 | 0,0025 | 0,2823 | 0,1247 | 0,3037 | 1,6375 |
| y9 | 0,0258 | 0,0707 | 0,0794 | 0,0896 | 0,0218 | 0,0837 | 0,0599 | 0,4309 |
| Σ | 3,4675 | 1,7674 | 0,8452 | 1,3764 | 3,8556 | 1,5888 | 4,0254 | |

TABLEAU 5.12 Les coefficients de corrélation de la régression multilinéaire.

| | x8x11 | x7x11 | x8x10 | x6x8 | x6x7 | x7x10 |
|----|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| y1 | 0,8514 | 0,8534 | 0,8704 | 0,8510 | 0,8491 | 0,8623 |
| y2 | 0,9258 | 0,9085 | 0,9524 | 0,9256 | 0,9037 | 0,9192 |
| y3 | 0,8154 | 0,8171 | 0,8168 | 0,8174 | 0,8076 | 0,8113 |
| y4 | 0,1765 | 0,2152 | 0,1006 | 0,0742 | 0,0704 | 0,1015 |
| y5 | 0,5841 | 0,5926 | 0,4182 | 0,3975 | 0,3174 | 0,3764 |
| y6 | 0,7247 | 0,6675 | 0,7045 | 0,7349 | 0,7176 | 0,6602 |
| y7 | 0,9437 | 0,9154 | 0,9514 | 0,9450 | 0,9297 | 0,9208 |
| y8 | 0,3869 | 0,4513 | 0,3765 | 0,3248 | 0,3150 | 0,3852 |
| y9 | 0,1529 | 0,1076 | 0,1609 | 0,2568 | 0,2737 | 0,1203 |
| Σ | 5,5614 | 5,5286 | 5,3517 | 5,3272 | 5,1842 | 5,1572 |

TABLEAU 5.13 Les coefficients de corrélation de la régression multilinéaire (suite).

| | x8x9 | x2x7 | x7x14 | x10x14 | x9x12 | x7x12 |
|----|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| y1 | 0,8558 | 0,7569 | 0,7990 | 0,7957 | 0,8862 | 0,8130 |
| y2 | 0,9411 | 0,8040 | 0,8533 | 0,8772 | 0,9291 | 0,8806 |
| y3 | 0,8191 | 0,7045 | 0,7151 | 0,7601 | 0,7475 | 0,7064 |
| y4 | 0,0494 | 0,4050 | 0,2775 | 0,1000 | 0,0622 | 0,2619 |
| y5 | 0,3770 | 0,1904 | 0,0993 | 0,3648 | 0,2534 | 0,0782 |
| y6 | 0,6961 | 0,7314 | 0,8387 | 0,7842 | 0,8059 | 0,7801 |
| y7 | 0,9423 | 0,8131 | 0,8662 | 0,9239 | 0,9559 | 0,8369 |
| y8 | 0,3304 | 0,6911 | 0,6127 | 0,3452 | 0,2806 | 0,6173 |
| y9 | 0,1374 | 0,0375 | 0,0689 | 0,0970 | 0,1007 | 0,0234 |
| Σ | 5,1486 | 5,1339 | 5,1307 | 5,0481 | 5,0215 | 4,9978 |

TABLEAU 5.14 Les coefficients de régression multilinéaire pour la fonction $y = f(x_8, x_{11})$.

| | Intercepte | x8 | x11 | R ² |
|----|------------|----------|----------|----------------|
| y1 | 6,9713 | -0,00131 | -0,00138 | 0,8514 |
| y2 | 3,7931 | -0,00089 | -0,00035 | 0,9258 |
| y3 | 7,6373 | 0,00089 | -0,00002 | 0,8154 |
| y4 | 88,4607 | 0,00207 | -0,07185 | 0,1765 |
| y5 | 39,4127 | 0,00440 | -0,07253 | 0,5841 |
| y6 | 91,6405 | 0,00115 | 0,00789 | 0,7247 |
| y7 | 339,5039 | 0,04735 | 0,09924 | 0,9437 |
| y8 | -13,1960 | -0,00285 | 0,04117 | 0,3869 |
| y9 | 33,9915 | 0,02060 | 0,31270 | 0,1529 |

TABLEAU 5.15 Les coefficients de régression multilinéaire pour la fonction $y = f(x_7, x_{12})$.

| | Intercepte | x7 | x12 | R ² |
|----|------------|----------|----------|----------------|
| y1 | 0,6879 | 0,00858 | 0,01139 | 0,8130 |
| y2 | -0,1003 | 0,00533 | 0,01078 | 0,8806 |
| y3 | 11,9220 | -0,00757 | -0,00427 | 0,7064 |
| y4 | 70,7233 | -0,05224 | 0,06530 | 0,2619 |
| y5 | 16,1564 | -0,02556 | 0,01712 | 0,0782 |
| y6 | 101,2343 | -0,00795 | -0,02370 | 0,7801 |
| y7 | 640,1861 | -0,43634 | -0,59047 | 0,8369 |
| y8 | -15,1726 | 0,05456 | -0,02327 | 0,6173 |
| y9 | 233,4332 | -0,06205 | -0,16095 | 0,0234 |

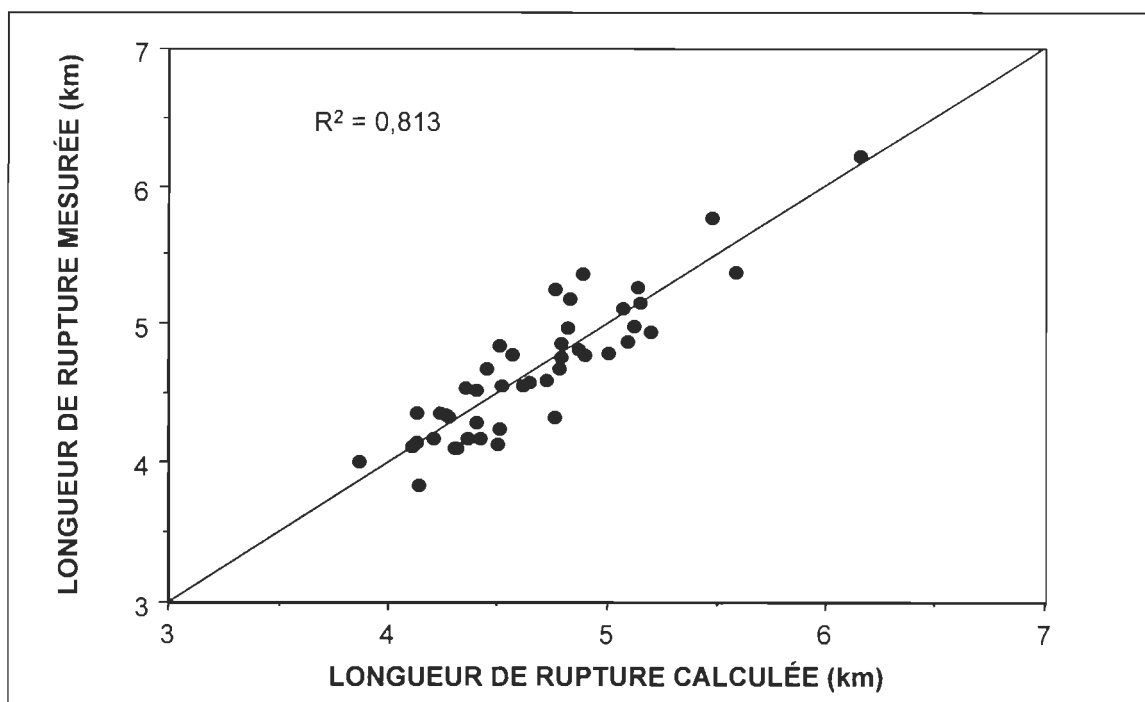


FIGURE 5.105 La longueur de rupture calculée versus la longueur de rupture mesurée pour la fonction $y = f(x_7, x_{12})$.

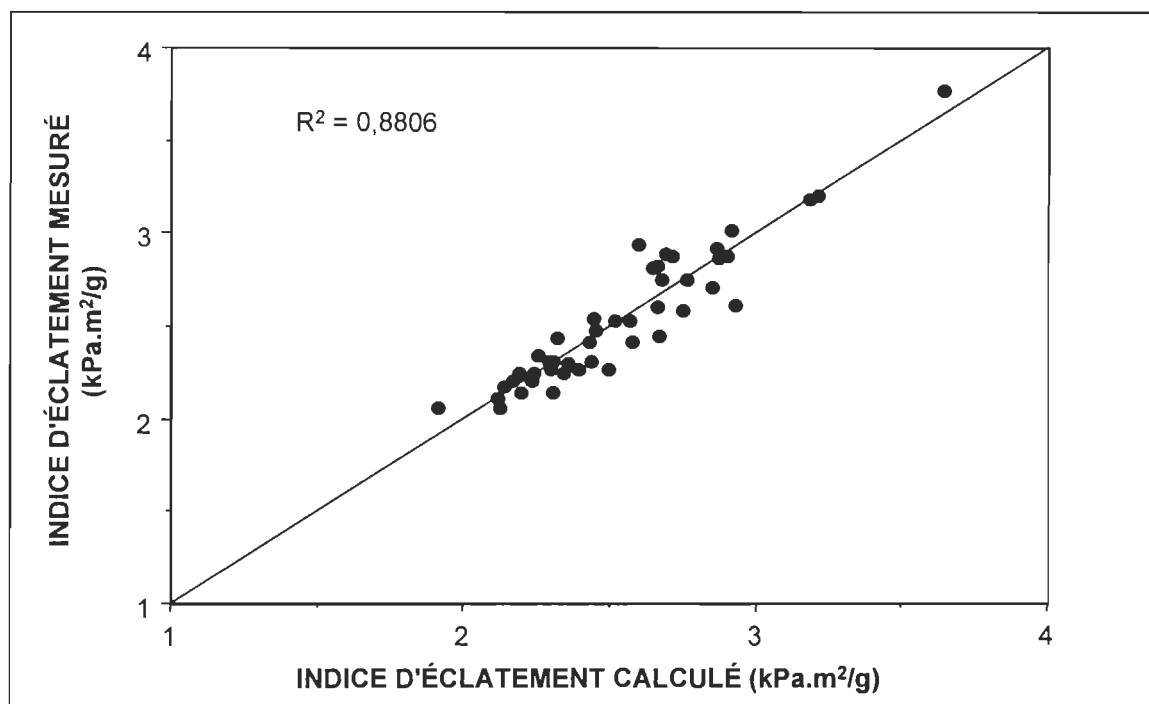


FIGURE 5.106 L'indice d'éclatement calculé versus l'indice d'éclatement mesuré pour la fonction $y = f(x_7, x_{12})$.

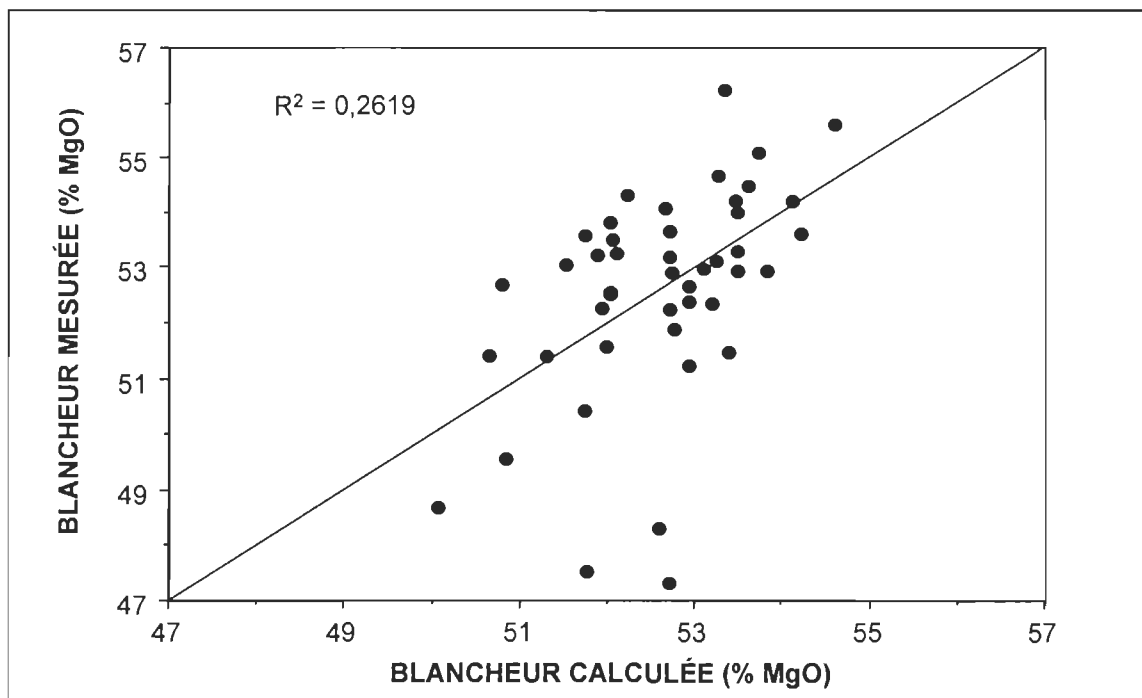


FIGURE 5.107 La blancheur calculée versus la blancheur mesurée pour la fonction $y = f(x_7, x_{12})$.

5.3 La comparaison entre le recyclage à haute température et les recyclages classiques.

La comparaison met en lumière la performance du système de recyclage par explosion et la performance des recyclages classiques par la flottation et le lavage. Les conditions optimales pour le recyclage par explosion, qui furent décrites dans les deux parties précédentes, ont été utilisées dans cette comparaison.

Le rendement est présenté dans le tableau 5.16 et dans la figure 5.108. La perte lors de la trituration dans le triturateur hélicoïdal ne fut pas déterminée, mais elle devrait être minime, soit de l'ordre de 1 ou 2%. La perte lors du traitement à haute température se situait entre 1,8 et 2,3%. Ainsi, la perte lors

de la trituration est comparable avec celle du traitement à haute température ou celle de la trituration dans le mélangeur. La perte lors du lavage est constituée par l'encre, la charge minérale et les fines qui passent par le tamis dans l'eau de lessive lors du lavage. Il est clair que le procédé de lavage est celui qui affecte le plus le rendement final. La perte lors de la flottation est constituée d'encre et de fibres soulevées par des bulles d'air. Il faut prévoir que cette perte pourrait être plus élevée avec l'utilisation du papier de revues et le carbonate de calcium. Cependant, cette perte est largement inférieure à celle du lavage, qui se compose d'encre dispersée et de fines.

Les fibres perdues lors de la flottation sont plus longues et de plus grande valeur, mais leur quantité est moins grande [120]. Le lavage donne lieu à des rebuts dont la teneur en fibres et en fines est plus élevée, mais la blancheur de la pâte ainsi produite compense quelquefois cet effet négatif sur la rentabilité du procédé. De nos jours, la majorité des usines utilisent une combinaison judicieuse des deux procédés.

La liqueur récupérée par filtration après le recyclage par explosion (PE 175) pourrait être recyclée, car elle contient 49,6% de sulfite de sodium non-consommé, déterminé par la titration iodométrique en utilisant 0,1 N KIO_3 .

L'efficacité du désencrage réside dans sa capacité d'enlever l'encre résiduelle de la suspension fibreuse par le lavage, la flottation ou par la combinaison des deux. L'efficacité de l'élimination de l'encre (voir le tableau 5.16) par le lavage de la pâte recyclée par explosion, déterminée par la formule 4.14, est trois fois supérieure à celle de la flottation, et de 40% supérieure à celle du lavage. Seule l'efficacité combinée de la flottation et du lavage (F2-L)

approche l'efficacité du lavage de la pâte recyclée par explosion. Le taux d'efficacité de la flottation relativement bas peut aussi avoir pour cause le collage de l'encre sur les parois et sa séparation dans le tritrateur. Néanmoins, la meilleure efficacité de lavage pour la pâte d'explosion correspond bien avec la concentration réelle de l'encre résiduelle dans la figure 5.111.

Le pH dans le tritrateur avant la flottation est alcalin grâce à la soude caustique. L'effet jaunissant de cette alcalinité est contré par l'ajout du peroxyde d'hydrogène. Le traitement par explosion sans produits chimiques tombe dans la région acide, mais avec l'utilisation du sulfite de sodium le pH reste neutre (voir le tableau 5.16). Le pH pendant la trituration dans le mélangeur et le lavage reste neutre car il n'y a pas d'ajout d'agent alcalin.

TABLEAU 5.16 Le rendement et l'efficacité des désencrages par la flottation, l'explosion et le lavage.

| Type de désencrage | FLOT 1 | FLOT 2 | PE 190 | PE 175 | LAV 1 | LAV 2 | F2-L |
|------------------------------|--------|--------|--------|--------|-------|-------|-------|
| Perte de la trituration (%) | - | - | 1,830 | 2,330 | 1,050 | 1,350 | - |
| Perte du lavage (%) | - | - | 14,4 | 11,6 | 13,8 | 14,4 | 12,9 |
| Perte de la flottation (%) | 1,11 | 2,01 | - | - | - | - | 2,01 |
| Rendement final (%) | 98,89 | 97,99 | 83,77 | 86,07 | 85,15 | 84,25 | 85,09 |
| Efficacité du désencrage (%) | 20,09 | 17,58 | 56,75 | 57,92 | 41,86 | 40,63 | 50,53 |
| pH avant la trituration | 9,8 | 9,8 | 6,0 | 10,0 | - | - | 9,8 |
| pH après la trituration | 9,4 | 9,4 | 5,2 | 7,7 | 6,0 | 6,1 | 9,4 |
| pH lors de désencrage | 8,5 | 9,5 | 6,2 | 6,9 | 5,7 | 5,8 | 6,4 |

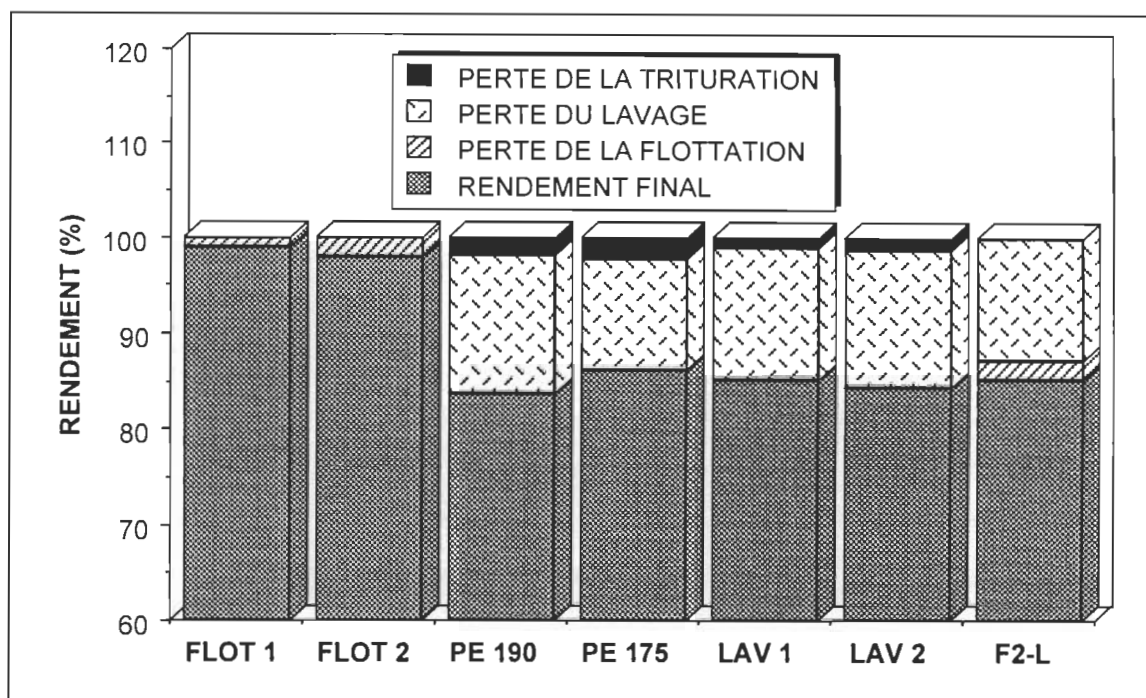


FIGURE 5.108 Le rendement après la trituration, l'explosion, le désencrage par la flottation et le lavage.

5.3.1 Les propriétés optiques des papiers désencrés par la flottation, l'explosion et le lavage.

Les propriétés optiques sont présentées dans le tableau 5.17 et dans les figures 5.109, 5.110 et 5.111. Le procédé de flottation (FLOT 1) montre la meilleure blancheur. La pâte recyclée par explosion à 175 °C avec l'ajout de sulfite de sodium arrive en deuxième position, avec pour résultat 1,5 point derrière le FLOT 1. L'essai de flottation avec un pH ajusté à 9,5 avec l'hydroxyde de sodium (FLOT 2) donne une blancheur inférieure au FLOT 1 à cause du jaunissement de la pâte durant la flottation. La blancheur de cette pâte augmente de 2% après le lavage (F2-L). La blancheur du papier issu de la trituration dans le mélangeur et du lavage est inférieure à celle du papier issu de la flottation et du recyclage assisté par explosion avec utilisation du sulfite de

sodium. Cependant, l'ajout d'alkylalcool de polyoxyéthylène améliore la blancheur de 2% MgO par rapport au lavage sans produit chimique. Cela est probablement dû à une agglomération des particules d'encre par l'alkylalcool de polyoxyéthylène, semblable à celle décrite dans le recyclage à courte séquence par Blain *et al.* [116,117].

Le coefficient de la couleur jaune b^* prouve l'effet négatif de la soude caustique lors de la flottation dans les cas de Flot 2 et F2-L. Pour cette raison, le papier issu du procédé de flottation paraît plus jaune que le papier issu du lavage qui fut précédé soit du traitement par explosion, soit de la trituration dans le mélangeur. Le papier recyclé par explosion à 175 °C (PE 175) montre le coefficient b^* le plus bas, ce qui prouve l'effet de protection de la blancheur par le sulfite de sodium ainsi que son effet blanchissant.

L'opacité du papier recyclé (voir le tableau 5.17) dépasse dans chaque cas 96%. Ceci est une caractéristique typique du papier recyclé, causée par l'encre résiduelle. Le lavage enlève une quantité importante de fines et, ainsi, diminue la diffusion de la lumière. C'est pourquoi les valeurs de la diffusion de la lumière du papier issu de la flottation sont plus élevées (voir le tableau 5.17). Parmi les pâtes lavées, la pâte PE 175 montre le coefficient de diffusion le plus bas, ce qui devrait aussi signifier de meilleures propriétés mécaniques. Cela s'explique par l'effet de l'emploi d'une plus grande surface spécifique des fibres pour la liaison inter-fibres.

La figure 5.111 montre que le traitement par explosion suivi d'un lavage diminue le plus la concentration réelle d'encre résiduelle. Seule la flottation combinée avec le lavage montre l'ERIC comparable à celui du système PE 175.

L'ajout de 1% d'alkylalcool de polyoxyéthylène dans le procédé de lavage montre aussi un effet positif sur la diminution de l'encre résiduelle après mais aussi avant le lavage par rapport à la trituration sans produit chimique. Ceci est peut-être dû à la présence d'alkylalcool de polyoxyéthylène qui pourra mener à l'amélioration du décrochage de l'encre et son enlèvement lors de la formation des feuilles de 3 g.

La valeur ΔERIC , qui est la différence entre l'ERIC avant et après le désencrage, démontre dans le tableau 5.17, que le procédé de lavage seul, combiné avec la trituration ou le traitement par explosion sans produits chimiques, diminue davantage l'encre résiduelle que les autres procédés. Cela est peut-être dû également à la concentration de l'encre plus élevée avant le traitement. L'enlèvement significatif de l'encre observé lors de la trituration hélicoïdale par le collage de l'encre sur les parois du tritrateur explique l'ERIC_{AV} bas pour les expériences FLOT 1 et FLOT 2. Il en résulte ainsi une quantité moindre d'encre à enlever par la flottaison et une efficacité de flottation basse.

L'analyse d'image dans la figure 5.112 montre un nombre de particules d'encre de petite taille ($< 50 \mu\text{m}$) inférieur pour la pâte recyclée par explosion avec ajout de sulfite de sodium. La distribution des grosses particules d'encre est illustrée dans la figure 5.113; on peut voir que la flottation n'est pas en mesure d'enlever entièrement toutes les particules de la suspension fibreuse. Le pourcentage de la surface couverte par l'encre, par rapport à la surface totale analysée par l'analyse d'image, démontre aussi la supériorité du procédé d'explosion joint avec l'utilisation de sulfite de sodium (voir la figure 5.114).

TABLEAU 5.17 Les propriétés optiques des papiers désencrés par la flottation, l'explosion et le lavage.

| Type de désencrage | FLOT 1 | FLOT 2 | PE 190 | PE 175 | LAV 1 | LAV 2 | F2-L |
|---|--------|--------|--------|--------|-------|-------|-------|
| Blancheur (3 g) (% MgO) | 58,80 | 55,23 | 53,84 | 57,31 | 53,94 | 55,87 | 57,27 |
| Écart-type | 0,73 | 0,55 | 0,25 | 0,26 | 0,19 | 0,30 | 0,3 |
| L* | 84,65 | 83,58 | 80,94 | 81,86 | 80,23 | 81,40 | 85,43 |
| a* | -0,43 | -0,08 | 0,01 | 0,50 | -0,66 | -0,29 | -0,17 |
| b* | 6,66 | 8,28 | 5,18 | 3,31 | 3,84 | 4,00 | 9,53 |
| Blancheur (1,2 g) (% MgO) | 57,65 | 54,08 | 52,20 | 55,37 | 51,75 | 52,99 | 55,47 |
| Écart-type | 0,66 | 0,49 | 0,33 | 1,36 | 0,68 | 0,71 | 1,05 |
| Opacité ISO (%) | 97,85 | 97,74 | 98,16 | 97,31 | 98,65 | 98,15 | 96,05 |
| Écart-type | 0,47 | 0,79 | 0,28 | 1,59 | 0,57 | 0,12 | 0,73 |
| Coef. de diffusion de la lumière (cm ² /g) | 609,2 | 571,6 | 504,6 | 477,7 | 521,0 | 509,4 | 517,1 |
| ERIC _{AV} (ppm) | 229,4 | 229,4 | 337,9 | 200,7 | 455,8 | 286,5 | 229,4 |
| ERIC _{AP} (ppm) | 183,3 | 189,1 | 146,1 | 84,4 | 265,0 | 170,1 | 106,6 |
| ΔERIC (ppm) | 46,1 | 40,3 | 191,8 | 116,3 | 190,8 | 116,4 | 122,8 |
| Surface tachée (μm ²) | 49946 | 46100 | 47280 | 20140 | 54034 | 52488 | 42840 |
| % de surface tachée | 0,650 | 0,600 | 0,616 | 0,262 | 0,704 | 0,684 | 0,558 |

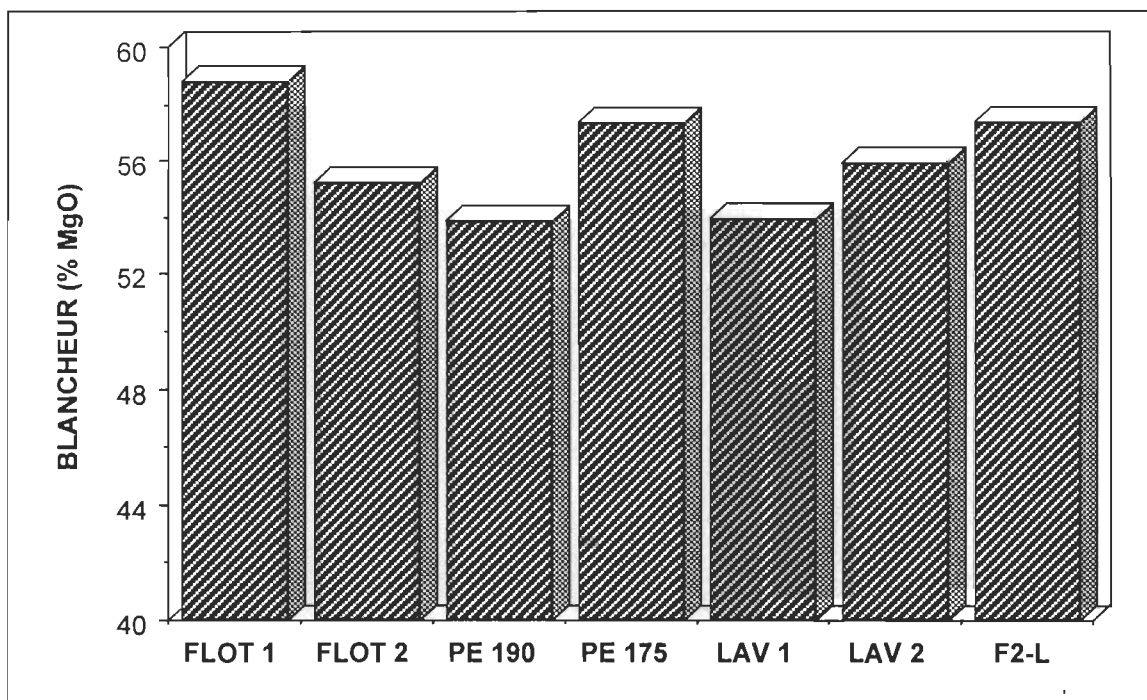


FIGURE 5.109 La blancheur des feuilles de 3 g des papiers désencrés par la flottation, l'explosion et le lavage.

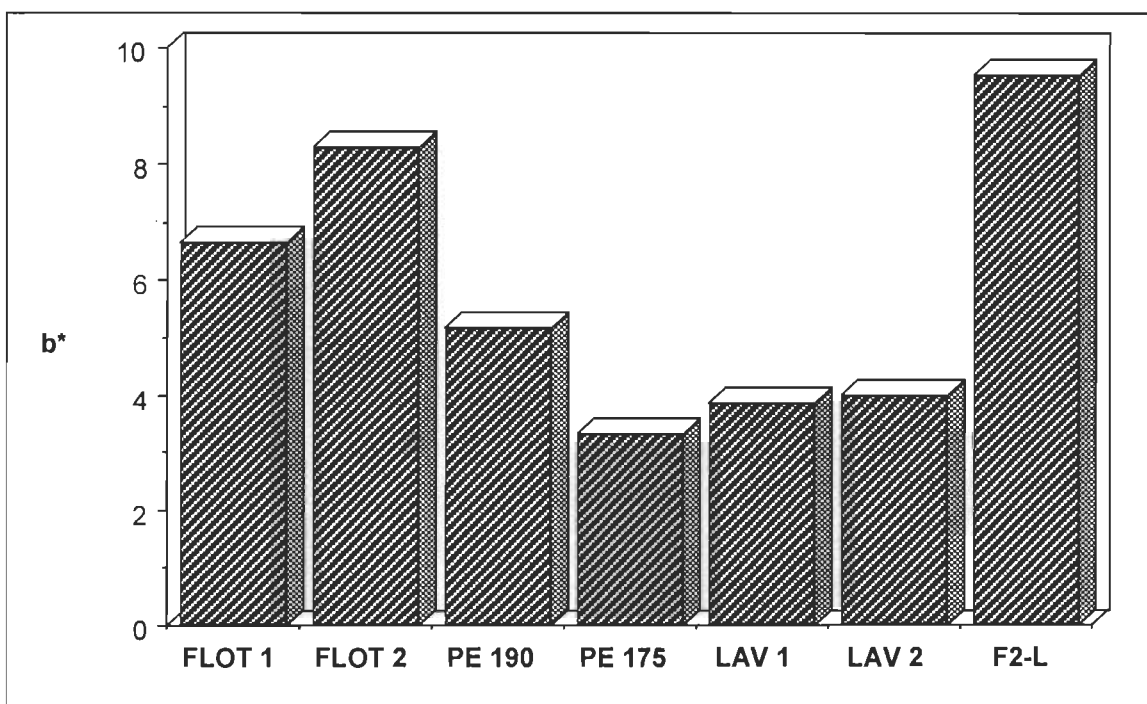


FIGURE 5.110 Le coefficient b^* des papiers désencrés par la flottation, l'explosion et le lavage.

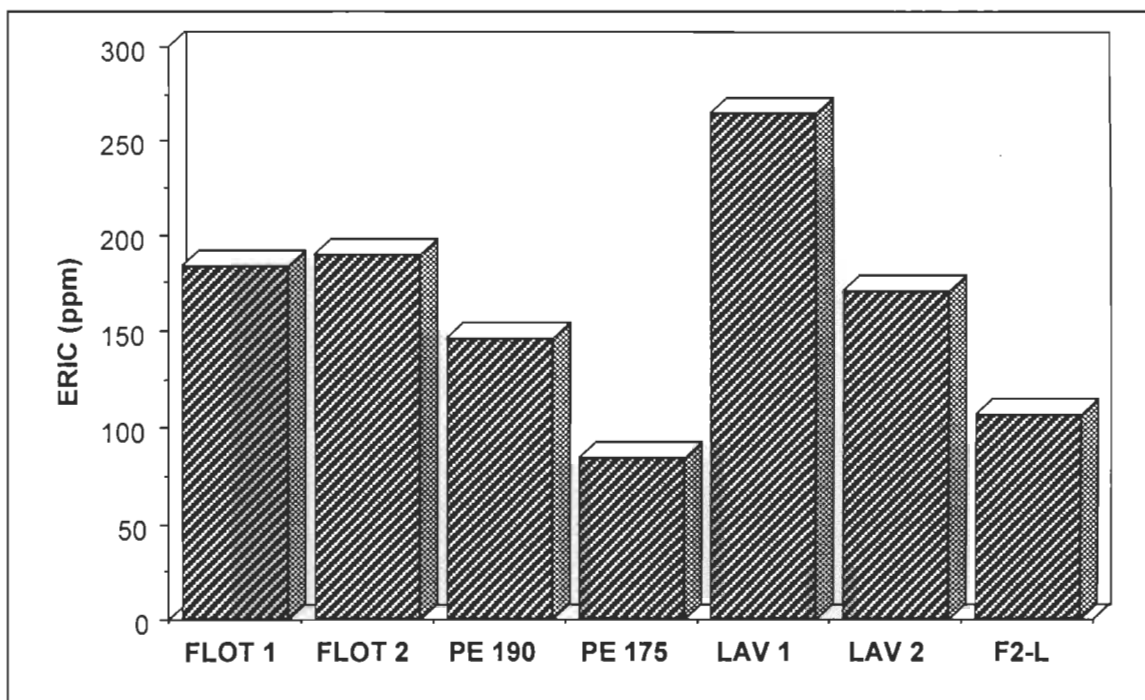


FIGURE 5.111 La concentration réelle de l'encre résiduelle sur les papiers désencrés par la flottation, l'explosion et le lavage.

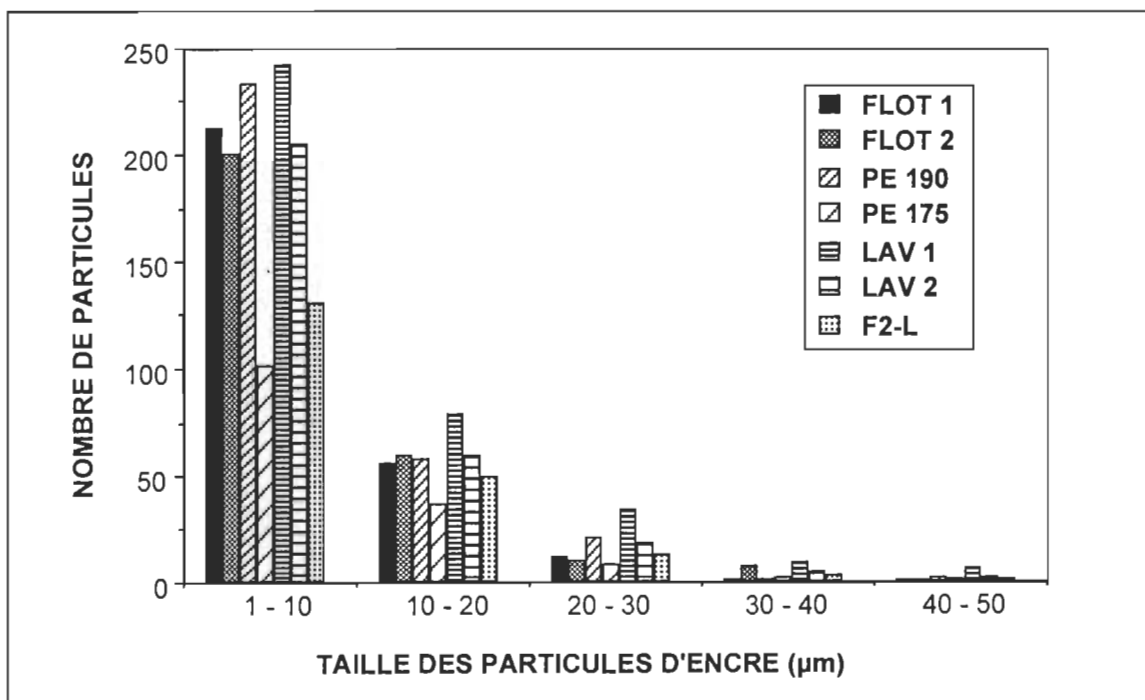


FIGURE 5.112 La distribution des particules d'encre inférieures à 50 µm sur la surface des papiers désencrés par la flottation, l'explosion et le lavage.

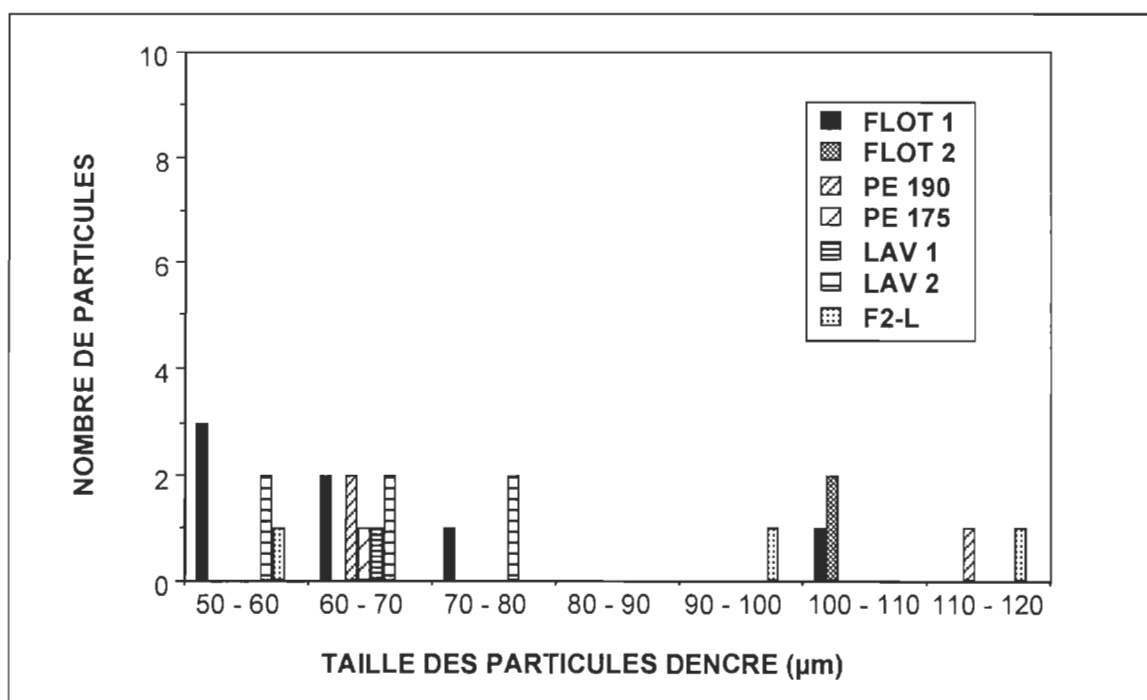


FIGURE 5.113 La distribution des particules d'encre supérieures à 50 μm sur la surface des papiers désencrés par la flottation, l'explosion et le lavage.

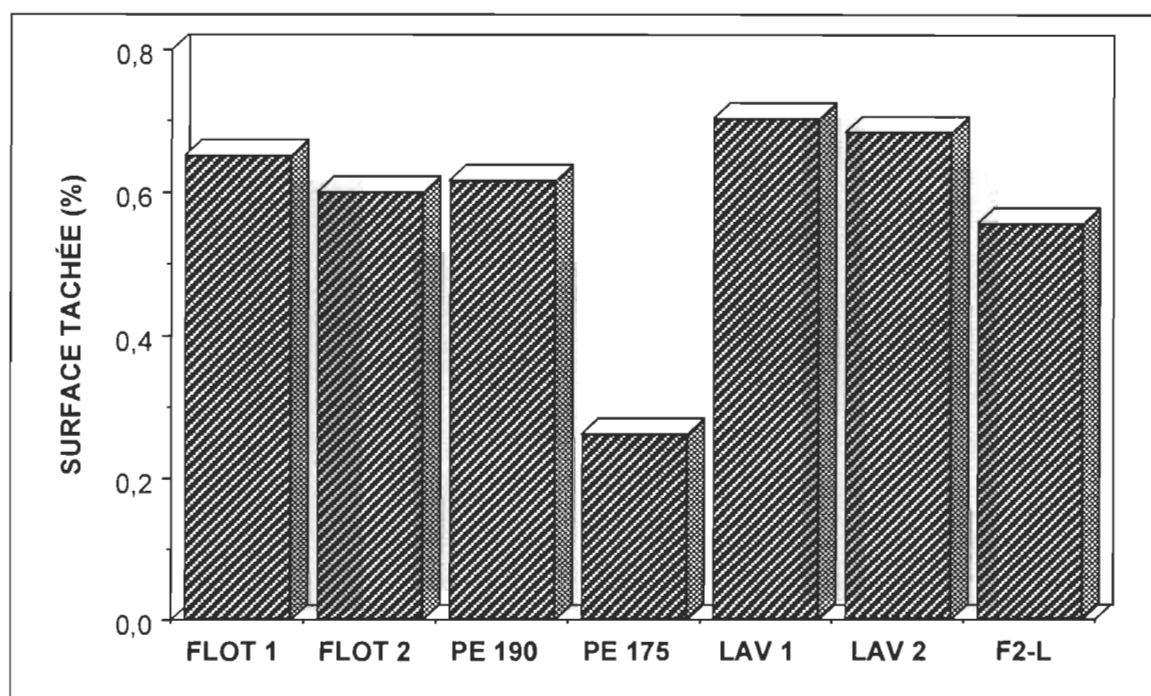


FIGURE 5.114 Le pourcentage de la surface encrée des papiers désencrés par le flottation, l'explosion et le lavage.

5.3.2 Les propriétés mécaniques des papiers désencrés par la flottation, l'explosion et le lavage.

Les propriétés mécaniques sont montrées dans le tableau 5.18. Les résistances à la traction et à l'éclatement (voir les figures 5.115 et 5.116) montrent la supériorité du papier issu du recyclage assisté par explosion avec utilisation de sulfite de sodium. La longueur de rupture de PE 175 est de 10% supérieure et l'indice d'éclatement est de 20% supérieur à ceux du papier issu de la flottation. L'indice de déchirure, montré dans la figure 5.117, est le plus élevé dans le cas de la pâte recyclée par explosion sans ajout de produit chimique. En comparant FLOT 2 et F2-L, on constate que la résistance à la déchirure augmente en lavant la pâte; cependant, les autres propriétés mécaniques restent inchangées.

TABLEAU 5.18 Les propriétés mécaniques des papiers désencrés par la flottation, l'explosion et le lavage.

| Type de désencrage | FLOT 1 | FLOT 2 | PE 190 | PE 175 | LAV 1 | LAV 2 | F2-L |
|---|--------|--------|--------|--------|-------|-------|------|
| L.R. (km) | 4,24 | 4,39 | 4,23 | 4,76 | 4,47 | 4,42 | 4,40 |
| Écart-type | 0,17 | 0,22 | 0,27 | 0,38 | 0,16 | 0,26 | 0,13 |
| Indice d'éclatement (kPa.m ² /g) | 2,27 | 2,45 | 2,34 | 2,97 | 2,42 | 2,68 | 2,31 |
| Écart-type | 0,11 | 0,07 | 0,11 | 0,17 | 0,13 | 0,12 | 0,14 |
| Indice de déchirure (mN.m ² /g) | 8,05 | 7,66 | 8,87 | 8,09 | 8,38 | 8,29 | 8,44 |
| Écart-type | 0,26 | 0,04 | 0,39 | 0,23 | 0,23 | 0,30 | 0,23 |

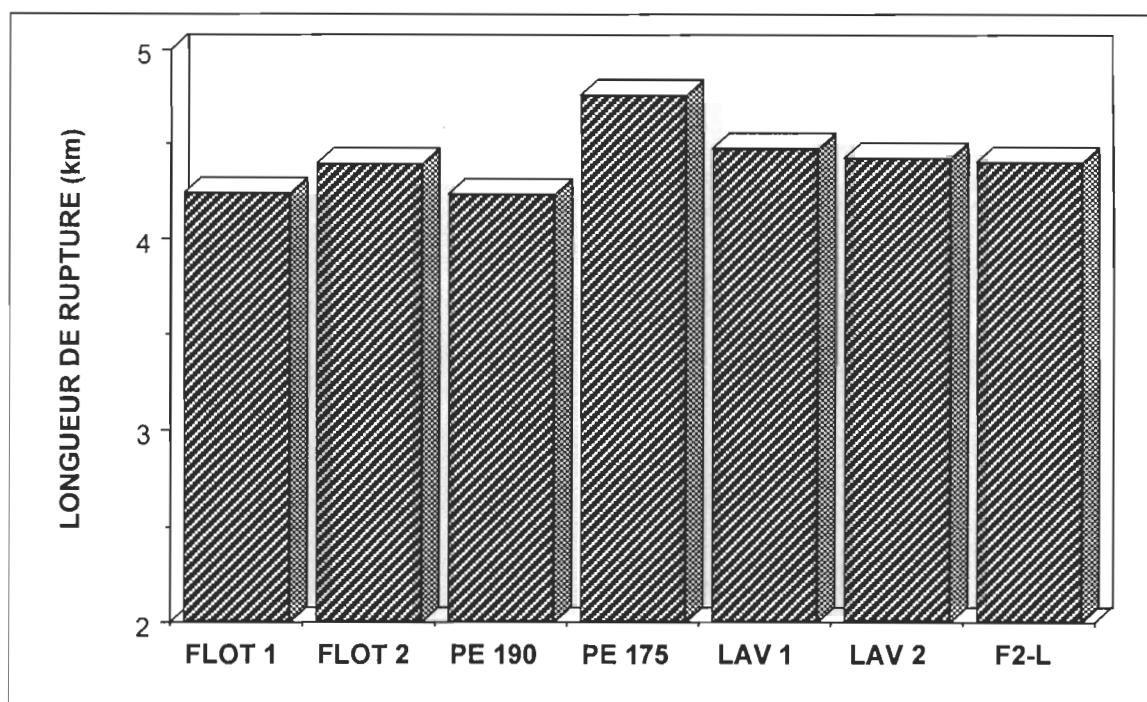


FIGURE 5.115 La résistance à la traction des papiers désencrés par la flottation, l'explosion et le lavage.

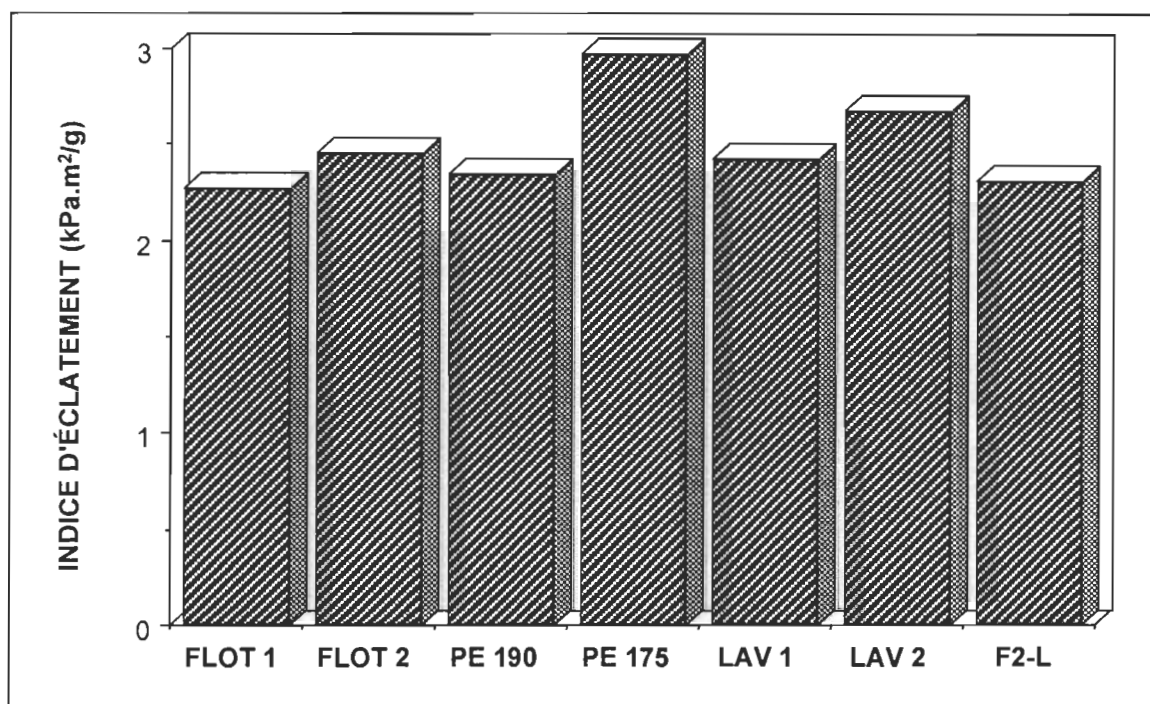


FIGURE 5.116 La résistance à l'éclatement des papiers désencrés par la flottation, l'explosion et le lavage.

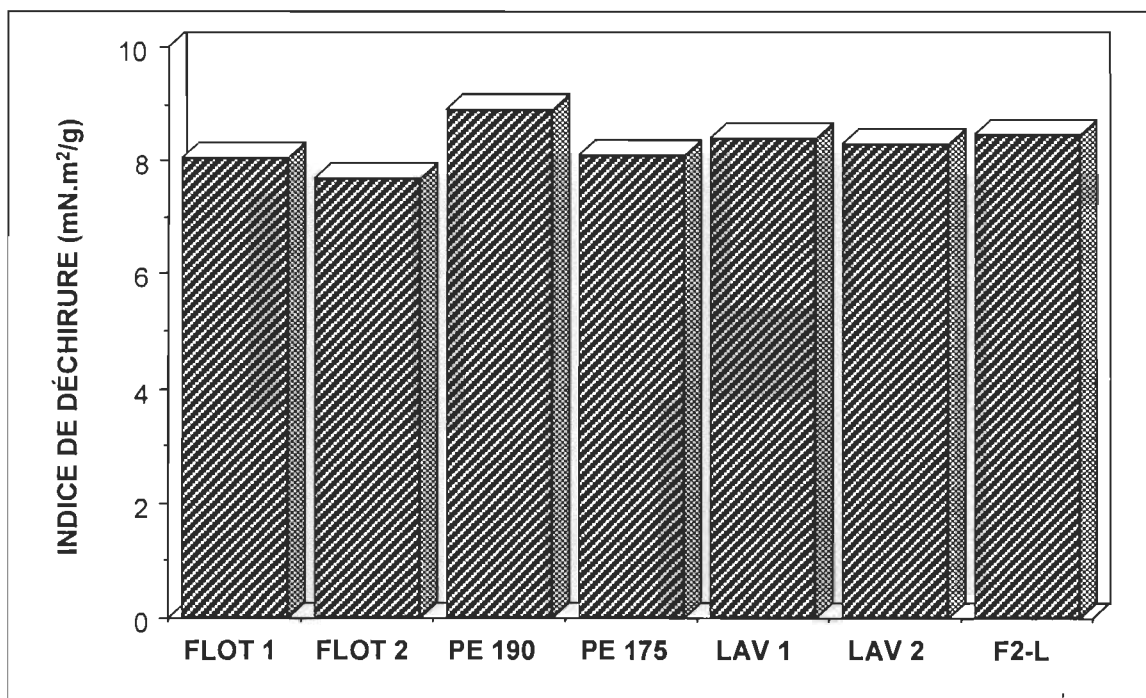


FIGURE 5.117 La résistance au déchirement des papiers désencrés par la flottation, l'explosion et le lavage.

5.3.3 Les propriétés physico-chimiques et morphologiques des pâtes désencrées par la flottation, l'explosion et le lavage.

Les propriétés physico-chimiques et morphologiques sont montrées dans le tableau 5.19. Une densité plus élevée signifie une feuille plus compacte, une plus grande liaison inter-fibres et de meilleures propriétés mécaniques. Toutefois, dans la figure 5.118, on constate une densité plus basse pour la PE 175 que pour la pâte FLOT 2. La pâte traitée par la flottation et le lavage montre une diminution de la densité du papier de 10%, mais la résistance mécanique à la traction et à l'éclatement reste inchangée. La résistance au déchirement, pour sa part, augmente de 10%. La porosité, présentée dans la figure 5.119, devrait donner un indice indirect de la liaison inter-fibres semblable à celui de la

densité, mais les valeurs sont influencées par la quantité de fines dans le papier.

L'indice d'égouttage (voir la figure 5.120) montre les valeurs les plus élevées pour la pâte recyclée par explosion et la pâte traitée par la flottation et le lavage. La perte des fines lors du lavage cause une augmentation considérable de l'indice d'égouttage pour ces deux pâtes.

Le temps de drainage, dans la figure 5.121, donne des résultats inverses à ceux de l'indice d'égouttage. On voit que le lavage amène la perte des fines et ainsi diminue considérablement le temps de drainage. Ceci peut améliorer la productivité d'une machine à papier en augmentant sa vitesse.

Le facteur S, dans la figure 5.122, démontre un meilleur développement de la surface pour les pâtes recyclées par explosion et les pâtes triturées dans le mélangeur. L'ajout de sulfite de sodium démontre un effet bénéfique, car la pâte PE 175 montre le facteur S le plus bas.

L'indice de rétention de l'eau (voir la figure 5.123) montre, par contre, le gonflement le plus élevé pour la pâte F2-L. Le résultat devrait être le même pour la pâte FLOT 2. L'ajout d'hydroxyde de sodium eut une influence positive sur le gonflement des fibres et sur leur élasticité et, conséquemment, sur les propriétés mécaniques. L'ajout de la soude caustique avant la flottation (F2-L) améliore aussi les propriétés mécaniques par rapport au FLOT 1.

La figure 5.124 montre la quantité de groupes sulfoniques la plus élevée pour la pâte recyclée par explosion à 175 °C avec utilisation de sulfite de

sodium. Le degré de sulfonation a une relation étroite avec les propriétés papetières [91] et, ainsi, il explique les meilleures propriétés mécaniques de la pâte ainsi recyclée. Cette modification chimique des fibres recyclées par le sulfite de sodium pourrait être utilisée pour rehausser la qualité des propriétés mécaniques du papier. Une plus grande présence des groupes sulfoniques rend la lignine davantage hydrofile et plastique, en plus d'améliorer son gonflement [124].

La longueur des fibres varie entre 1,35 et 1,41 mm (voir la figure 5.125). Elle pourrait être influencée par le lavage et l'élimination sélective des fines qu'il entraîne. Le pourcentage des fines, dans le tableau 5.20, montre une baisse pour les pâtes lavées.

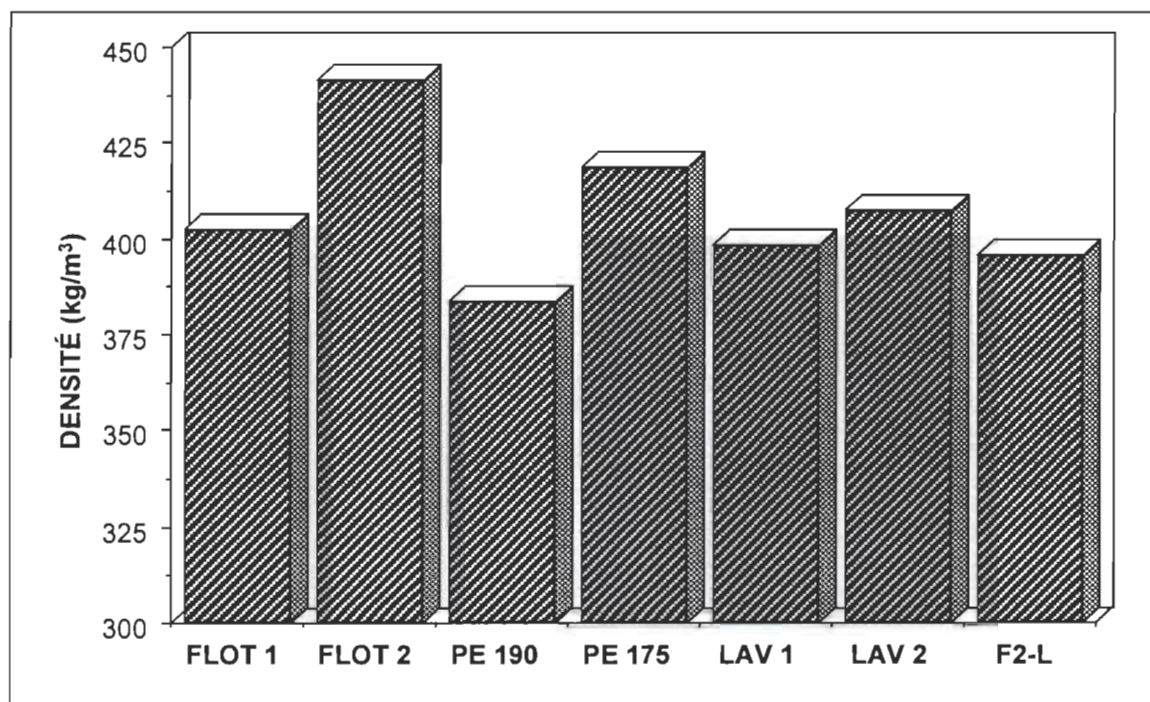


FIGURE 7.118 La densité des papiers désencrés par la flottation, l'explosion et le lavage.

TABLEAU 5.19 Les propriétés physico-chimiques et morpho-logiques des papiers désencrés par la flottation, l'explosion et le lavage.

| Type de désencrage | FLOT 1 | FLOT 2 | PE 190 | PE 175 | LAV 1 | LAV 2 | F2-L |
|---------------------------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| Grammage (g/m ²) | 61,23 | 60,18 | 61,04 | 61,13 | 61,23 | 60,86 | 60,92 |
| Épaisseur (mm) | 0,1522 | 0,1364 | 0,1591 | 0,1461 | 0,1537 | 0,1493 | 0,1540 |
| Écart-type | 0,0040 | 0,0036 | 0,0040 | 0,0044 | 0,0032 | 0,0045 | 0,0021 |
| Porosité (mL/min.) | 290 | 222 | 1064 | 470 | 713 | 617 | 698 |
| Écart-type | 78 | 29 | 154 | 150 | 171 | 100 | 44 |
| Densité (kg/m ³) | 402 | 441 | 384 | 418 | 398 | 408 | 396 |
| Écart-type | 10,4 | 11,7 | 9,5 | 12,5 | 8,1 | 12,2 | 5,4 |
| Indice d'égouttage (mL) | 152 | 152 | 248 | 174 | 194 | 196 | 250 |
| Temps de drainage (sec.) | 14,98 | 16,36 | 7,71 | 9,65 | 8,78 | 8,55 | 7,69 |
| Écart-type | 0,60 | 0,59 | 0,43 | 0,28 | 1,16 | 0,60 | 0,17 |
| WRV* (%) | 264,0 | - | 263,0 | 268,1 | 259,1 | 258,3 | 270,9 |
| Écart-type | 4,7 | - | 5,4 | 0,2 | 1,1 | 0,4 | 3,6 |
| Facteur S (mL) | 555 | - | 524 | 465 | 501 | 477 | 549 |
| Contenu sulfonique (mmol/kg) | 13,3 | 22,2 | 7,0 | 57,3 | 7,1 | 9,7 | 21,8 |
| Contenu carboxylique (mmol/kg) | 185,6 | 210,8 | 199,3 | 168,8 | 165,6 | 191,0 | 187,3 |
| Contenu ionique total (mmol/kg) | 198,9 | 233,0 | 206,3 | 226,1 | 172,7 | 200,7 | 209,1 |
| Longueur des fibres (mm) OpTest | 1,356 | 1,351 | 1,398 | 1,405 | 1,353 | 1,391 | 1,359 |
| Écart-type | 0,047 | 0,033 | 0,019 | 0,003 | 0,003 | 0,001 | 0,038 |
| Fines (%) | 12,92 | 12,94 | 11,69 | 11,82 | 11,45 | 11,61 | 12,01 |
| Indice de courbature | 0,033 | 0,035 | 0,036 | 0,034 | 0,032 | 0,032 | 0,035 |
| Indice de cassure (1/mm) | 0,45 | 0,46 | 0,49 | 0,44 | 0,42 | 0,44 | 0,51 |

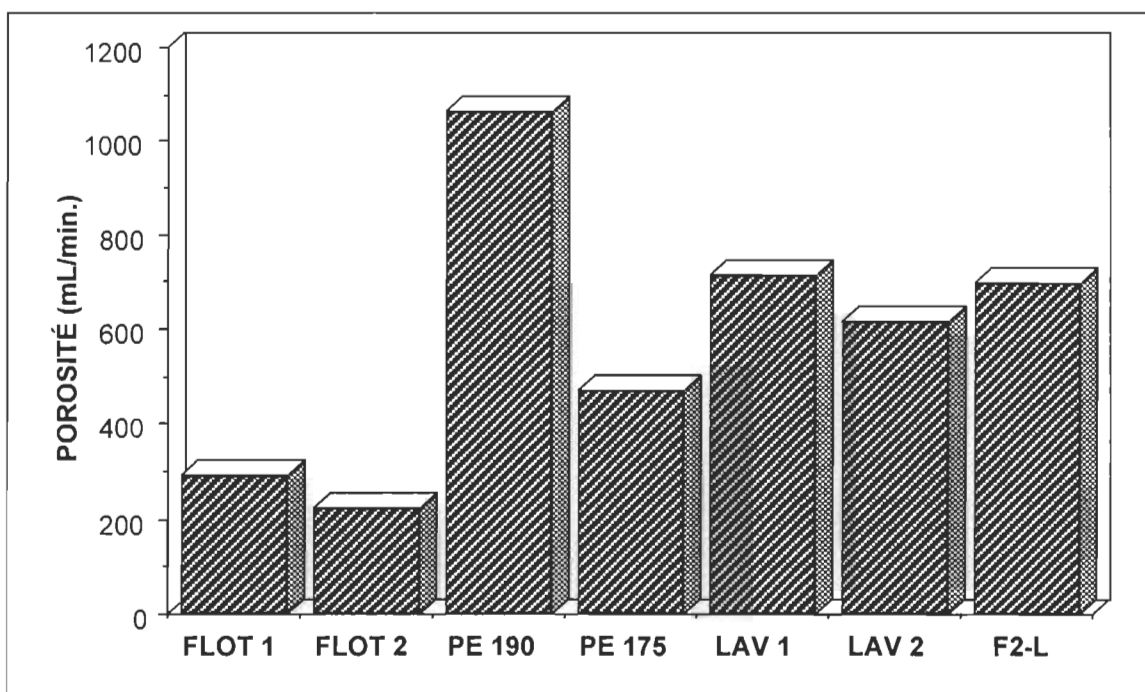


FIGURE 7.119 La porosité des papiers désencrés par la flottation, l'explosion et le lavage.

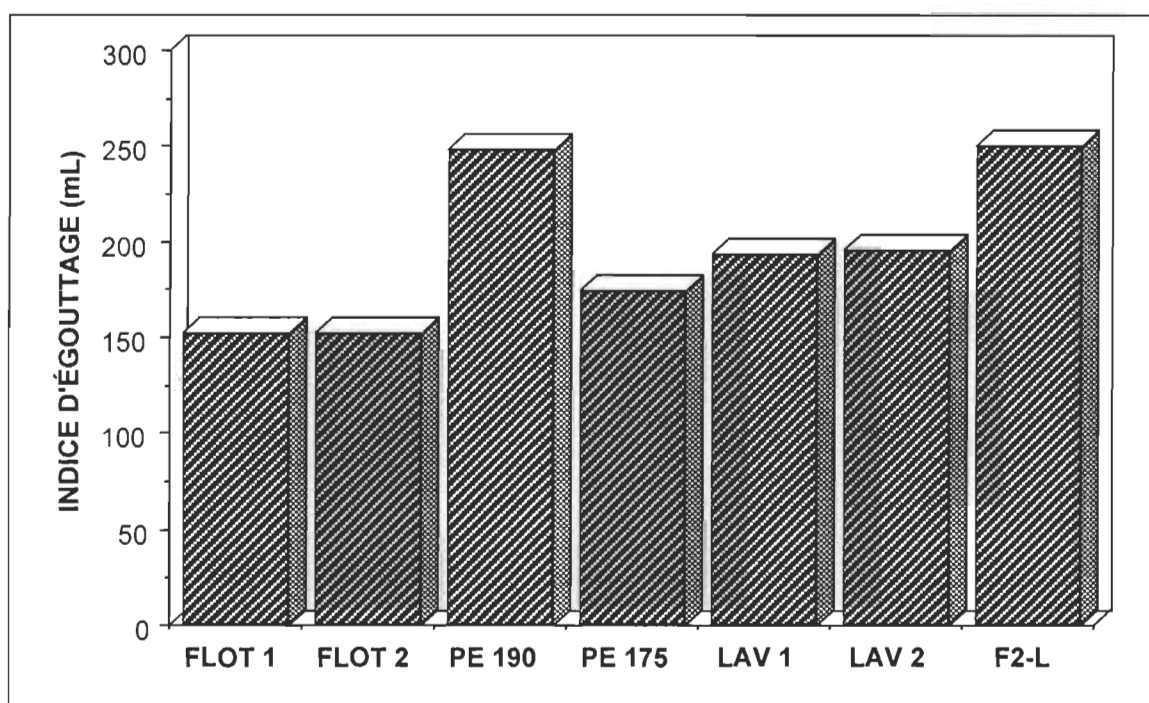


FIGURE 7.120 L'indice d'égouttage des papiers désencrés par la flottation, l'explosion et le lavage.

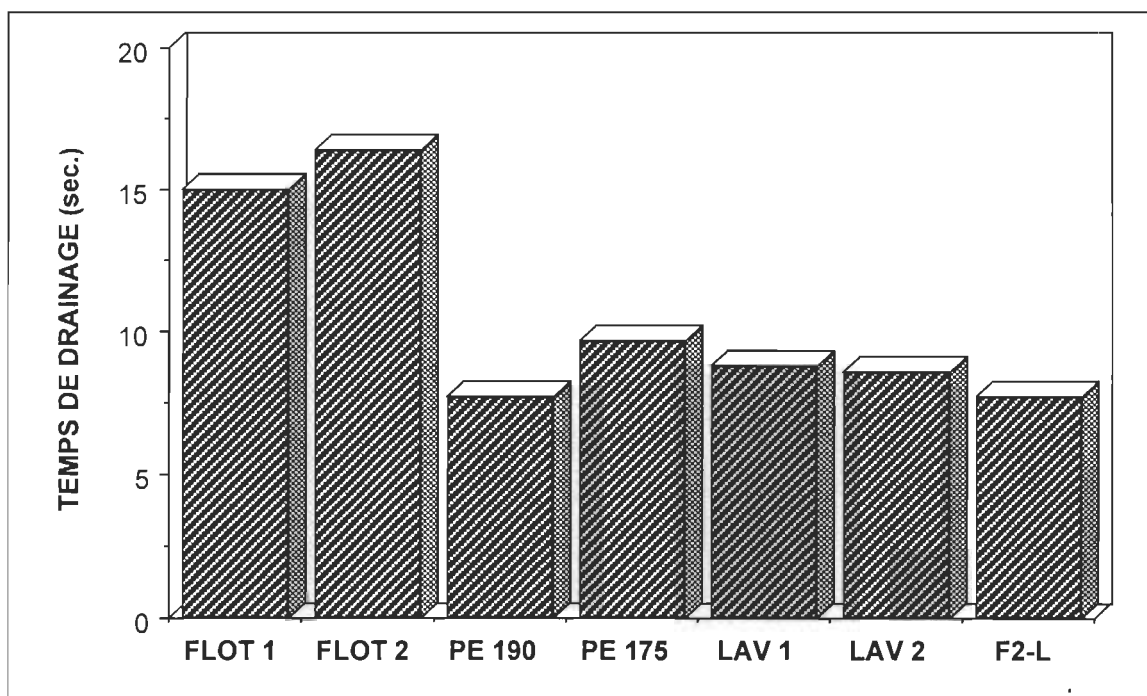


FIGURE 7.121 Le temps de drainage des papiers désencrés par la flottation, l'explosion et le lavage.

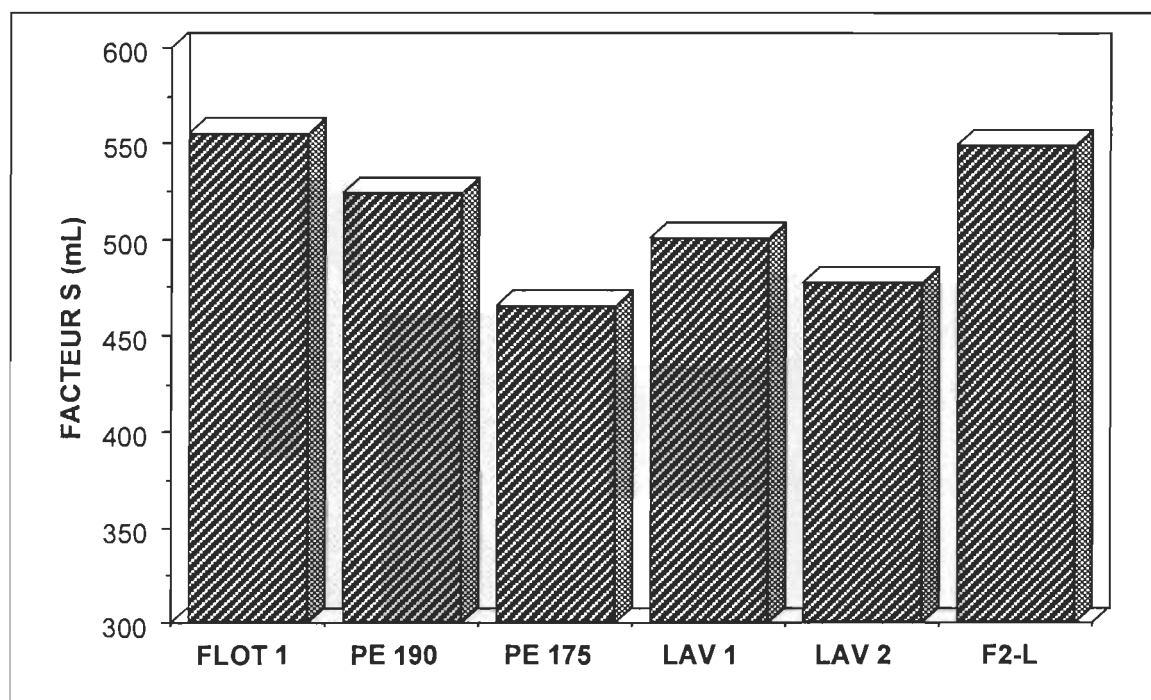


FIGURE 7.122 Le facteur S des pâtes désencrées par la flottation, l'explosion et le lavage.

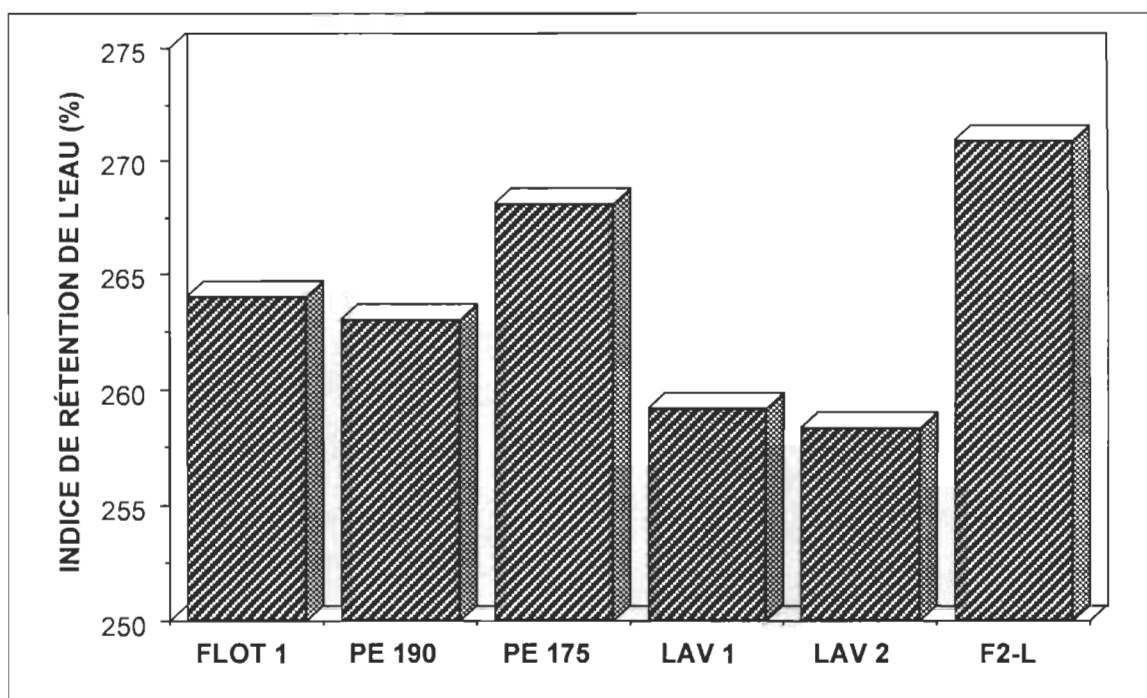


FIGURE 7.123 L'indice de rétention de l'eau de la fraction M48 des pâtes désencrées par la flottation, l'explosion et le lavage.

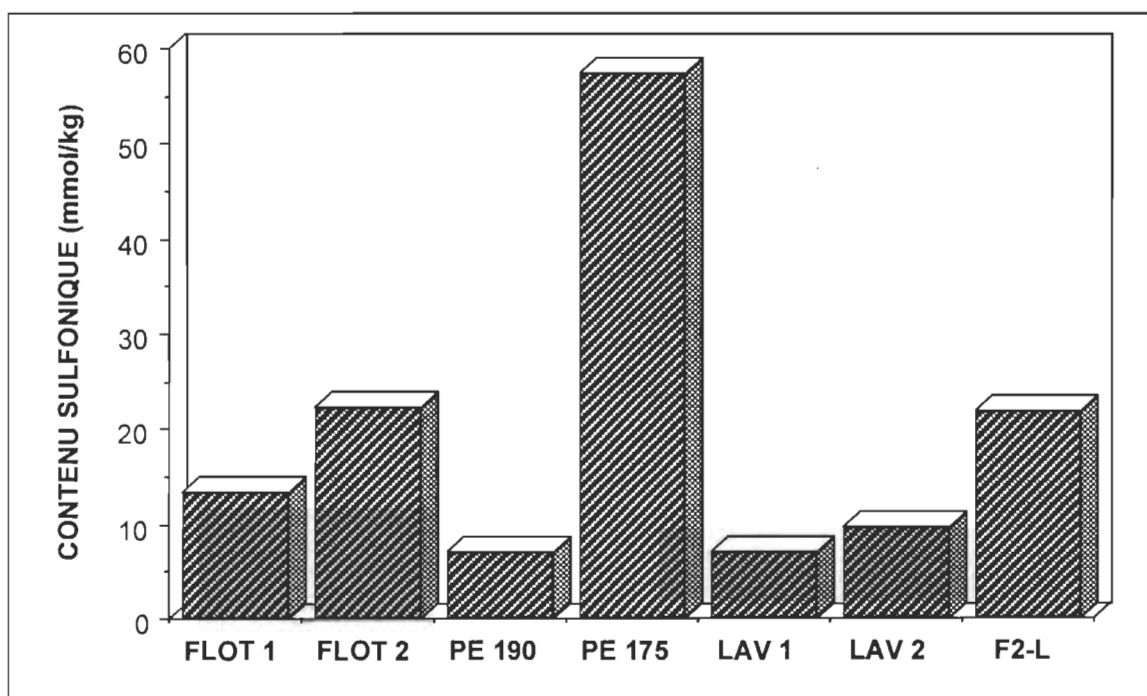


FIGURE 7.124 Le contenu sulfonique des pâtes désencrées par la flottation, l'explosion et le lavage.

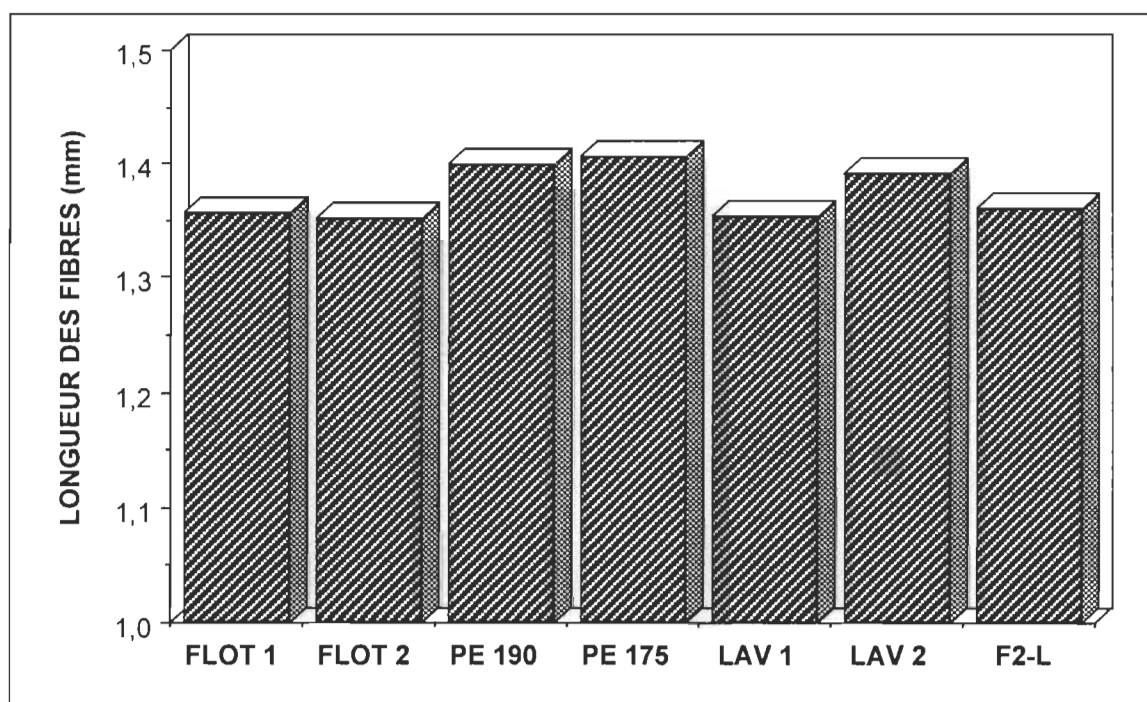


FIGURE 7.125 La longueur des fibres des pâtes désencrées par la flottation, l'explosion et le lavage.

CHAPITRE VI

CONCLUSION

Le procédé de recyclage assisté à la vapeur est une bonne alternative aux procédés de désencrage conventionnels. Le traitement de ce type est essentiellement un procédé de la mise en pâte du vieux papier qui entraîne la dispersion de l'encre. La haute température aide à rompre les liaisons inter-fibres et les liaisons encre-fibres ainsi qu'à disperser l'encre. Le changement brusque de la pression et l'impact du vieux papier contre la paroi du réservoir aboutissent à la mise en pâte et à la dispersion de l'encre en de petites particules. Ainsi, l'encre peut être enlevée de la suspension fibreuse par le procédé de lavage. Les propriétés papetières sont fortement influencées par la haute température. La première partie de cette thèse traitait du recyclage multiple par explosion et de ses effets thermomécaniques. La seconde et la troisième parties, pour leur part, évaluaient les effets de l'utilisation de produits chimiques et comparaient le recyclage par explosion avec les procédés conventionnels.

6.1 Les conclusions sur le recyclage multiple des papiers issus des différentes pâtes.

L'évaluation met en lumière le système de recyclage multiple par explosion en établissant les différences entre les feuilles originales et les feuilles recyclées jusqu'à cinq fois. Le papier et les fibres subissent un traitement dont les conditions sont très sévères, et ce, dans un temps court.

La cuisson entraîne une diminution du rendement d'à peu près 0,5% dans chaque cycle de recyclage. La baisse du rendement est causée par l'autohydrolyse du papier.

La diminution de la résistance à la traction et à l'éclatement au cours du recyclage est plus marquée pour la pâte kraft que pour la pâte chimicomécanique et la pâte d'explosion. La baisse de la résistance mécanique au premier cycle de recyclage est attribuée au séchage du papier et à la diminution de la surface spécifique. La surface des fibres perd quelque peu la capacité de créer des liaisons d'hydrogène à cause de la diminution de la surface spécifique. La pâte chimico-thermomécanique et la pâte thermomécanique résistent mieux à la dégradation. Le papier fait de la PTM augmente même sa résistance à la traction de 7%.

L'augmentation de la densité de la PTM et de la PCTM cause la légère amélioration de la résistance mécanique de ces deux pâtes. L'augmentation de la porosité des pâtes kraft, particulièrement dans le premier cycle, signifie une diminution de la liaison inter-fibres. L'augmentation du coefficient de diffusion de la lumière et la diminution de l'indice de rétention de l'eau nous indiquent la perte de la surface spécifique. Cependant, pour la PCTM et la PTM, ces deux facteurs ne sont pas affectés significativement. La différence de comportement au cours du recyclage entre les pâtes kraft et les pâtes à haut rendement doit être liée à la présence de la lignine, laquelle agit comme un protecteur contre le durcissement des fibres.

L'indice d'égouttage est constant pour la PTM et la PCTM. Il y a une légère augmentation d'environ 50 mL dans le cas des PE et PCM. Par contre,

l'indice d'égouttage augmente d'à peu près 100 mL pour les pâtes kraft et, ainsi, affecte les propriétés mécaniques.

La résistance au déchirement reste inchangée pour les PE, PCM, PCTM et PTM. Cependant, elle augmente pour la pâte kraft ainsi que pour la pâte kraft raffinée. Cette augmentation est attribuée à un plus grand enchevêtrement des fibres, révélé par l'augmentation de l'indice de courbure des pâtes kraft.

La résistance mécanique des fibres est aussi affectée négativement, mais la diminution constatée est moins importante que la détérioration des liaisons inter-fibres, cela parce que la contribution de la résistance mécanique des fibres est habituellement inférieure à la contribution des liaisons de surface. Cette baisse de résistance peut être attribuée à l'oxydation et à la dépolymérisation de la cellulose. L'utilisation d'un agent chimique pour une protection de la cellulose serait donc souhaitable.

La cristallinité de la cellulose augmente au cours du recyclage pour toutes les pâtes, à l'exception de la pâte d'explosion, qui connaît une diminution de sa cristallinité après le premier cycle de recyclage. L'augmentation de la cristallinité cause la fragilisation des fibres ainsi que la création de fines lors de l'éventuel raffinage.

Le traitement à haute température mène à la détérioration de la blancheur. Les pâtes les plus affectées sont la PTM et la PCTM. La présence de la lignine de bois résineux en grande quantité a pour effet la diminution de la blancheur des PTM et PCTM. L'augmentation du coefficient b^* dans le cas des

PE, PCM, PCTM et PTM pourrait être attribuée à la création des chromophores dans la structure de la lignine, aux réactions d'oxydation et au jaunissement consécutif. L'utilisation d'un antioxydant assurant la protection de la blancheur du papier contenant des fibres lignifiées s'avère donc nécessaire. Les pâtes kraft semi-blanchies font toutefois exception, car en ce qui les concerne, la présence de la lignine est faible.

6.2 Les conclusions concernant le recyclage du papier journal avec l'utilisation de produits chimiques.

Les conclusions principales concernant le recyclage sans produit chimique nous indiquent que la protection des fibres contre les réactions d'oxydation, de la dépolymérisation, et de l'hydrolyse acide est essentielle afin d'améliorer la performance du procédé de recyclage assisté à la vapeur ainsi que l'apparence du papier recyclé. L'effet de l'addition de l'antioxydant Na_2SO_3 et de l'agent de protection contre la redéposition de l'encre sur la surface des fibres, soit le Na_2SiO_3 , fut étudié sur le désencrage du vieux papier journal en variant la température, le temps de traitement et les différents rapports solution/papier.

Le recyclage assisté à la vapeur est en mesure de défibrer le papier journal avec succès dans toutes les conditions expérimentées, sauf à une température basse de 150 °C, où la pression n'atteint seulement que 4 atm. Le changement de la pression et l'impact consécutif du papier contre la paroi du réservoir ne sont pas suffisants pour rompre les liens entre les fibres. Le rapport solution/papier bas de 50/50 mène aussi à une défibration incomplète. Il faudrait une plus grande quantité d'eau ou un rapport solution/papier plus élevé

pour bien mouiller le papier et donner à l'échantillon un poids plus lourd, afin d'assurer un impact fort du papier contre la paroi du réservoir de décharge.

Le rendement après la cuisson varie entre 93,2 et 98,5% et la valeur moyenne est de 96,2%. Le rendement diminue lorsqu'on augmente la température et le temps de traitement. La perte de la matière lors de la cuisson est attribuée à la perte des hémicelluloses, ce qui fut prouvé par la diminution de l'intensité de la bande à 1735 cm^{-1} du spectre infrarouge. Pour garder un rendement le plus élevé possible, il faut tenir la température et le temps de traitement le plus bas possible. Le Na_2SO_3 , sans le Na_2SiO_3 , diminue le rendement après la cuisson. Par contre, le silicate de sodium semble protéger le rendement. La perte moyenne lors du lavage s'élève à 14,7%. La perte lors du lavage est constituée de la perte de fibres courtes et d'encre. Ainsi la perte totale s'élève jusqu'à 20%.

Le gain de blancheur par le lavage s'estompe lorsque la température et le temps de traitement augmentent, cela à cause de l'effet négatif de la haute température. Le rapport solution/papier élevé, en présence d'une faible charge de sulfite de sodium, a un effet positif sur le gain de blancheur lors du lavage. Ceci est causé par la bonne dispersion de l'encre dans l'eau et par une meilleure dissolution des acides formées par l'hydrolyse.

La cause de la diminution de la blancheur à la température et au temps élevés est le jaunissement des fibres. La lignine est la principale cause de la détérioration de la blancheur, en raison de la création de groupes chromophores. Nous proposons un temps de traitement par vapeur de 30 secondes ou de 1 minute et une température de $165\text{ }^{\circ}\text{C}$. Le rapport

solution/papier optimal est de 2,5. L'encre se disperse bien dans un milieu aqueux et, de plus, une quantité d'eau suffisante aide à diluer les acides formées par l'hydrolyse du papier. L'ajout du sulfite de sodium a un effet bénéfique sur la blancheur, tandis que le silicate de sodium entraîne la détérioration de la blancheur, à cause du noircissement alcalin qu'il provoque.

L'effet de la température et du temps de traitement est négligeable sur le nombre total et la taille des taches inférieures à 50 μm . Le rapport solution/papier égale 50/50 et aboutit à une quantité importante de taches d'encre de petite taille ainsi qu'à un décrochage incomplet de l'encre de la surface des fibres. Cette encre est impossible à éliminer par le procédé de lavage. Le taux solution/papier devrait être supérieur à 1 pour permettre une bonne dispersion de l'encre dans l'eau. Le silicate de sodium à concentration élevée cause la formation d'agrégats d'encre qui dépassent la limite visible de 50 μm et qui sont captés par les fibres dans la feuille lors de sa formation. De même, le silicate de sodium augmente la concentration de l'encre résiduelle. L'effet du silicate de sodium à haute concentration est donc non-désirable, car il faudrait alors ajouter le coût du système de la flottation. Parce que la quantité d'encre résiduelle après le lavage est minime, il est donc important de bien contrôler les facteurs affectant le jaunissement durant le traitement de dispersion.

L'influence du temps et de la température est bénéfique sur la résistance à la traction par rapport aux résultats obtenus sans l'ajout de produit chimique. On peut obtenir une longueur de rupture supérieure à 6 km, mais au détriment d'une perte de blancheur. L'amélioration est obtenue grâce au sulfite de sodium et au silicate de sodium. La vitesse de sulfonation est plus élevée à

haute température. La formation de nouveaux groupes sulfoniques et carboxyliques est un facteur très important pour l'augmentation des liaisons inter-fibres. L'amélioration de la longueur de rupture, en augmentant la densité du papier, ou en diminuant la porosité et le coefficient de diffusion de la lumière, signifie l'amélioration de l'élasticité des fibres. Les fibres peuvent ainsi mieux se placer dans la feuille et favoriser les liaisons inter-fibres. L'amélioration de la résistance au déchirement, en comparaison avec la résistance initiale du papier journal, peut avoir pour explication l'augmentation des fibres longues et leur enchevêtrement plus élevé.

Nous proposons, pour un procédé éventuel recyclant le vieux papier journal, les conditions opérationnelles suivantes: une température minimale de 165 °C et un temps de cuisson court de 30 secondes ou 1 minute. Le rapport solution/papier optimal trouvé dans cette étude est 2,5 avec 10% de sulfite de sodium.

Par contre, on obtient de meilleures propriétés mécaniques en employant une température et un temps de cuisson plus élevé. Par exemple, la résistance en éclatement du papier journal peut être même doublée. Toutefois, ces conditions opérationnelles causent une détérioration de la blancheur. Celles-ci peuvent tout de même être utilisées pour la production des papiers qui exigent des propriétés mécaniques améliorées et où la blancheur n'est pas un facteur important à considérer.

L'augmentation de la cristallinité avec la température est causée par le regroupement des chaînes de cellulose et la formation de cristaux plus grands. Le changement de la cristallinité pourrait s'expliquer par la recristallisation et par

la dissolution de la partie amorphe de l'holocellulose par les produits chimiques. L'augmentation de la cristallinité devrait mener à une résistance plus élevée des fibres cellulosiques. Malgré cette hypothèse, la cristallinité plus élevée signifie aussi la fragilisation des fibres.

Les équations employant les coefficients de régression de la densité, de la porosité et du contenu sulfonique permettent de bien estimer les propriétés mécaniques. La porosité et la densité du papier sont deux indicateurs de l'élasticité des fibres. Le contenu sulfonique est un indicateur de la qualité de la surface employée pour les liaisons inter-fibres, car les groupes sulfoniques contribuent à la liaison d'hydrogène. Malgré de bonnes corrélations pour les propriétés papetières, cette analyse ne permet pas d'estimer la blancheur.

6.3 Les conclusions de la comparaison entre les recyclages classiques et le recyclage par explosion.

La comparaison du recyclage du papier journal par explosion avec le procédé de recyclage par la trituration combinée avec la flottation ou le lavage montre les avantages et désavantages de ces procédés. La perte totale entraînée par la trituration dans le tritrateur hélicoïdal et par la flottation n'affecte pas autant le rendement que celle entraînée par le recyclage par explosion combiné avec le lavage. Le lavage est responsable à lui seul d'une perte supérieure à 10%, causée par l'élimination des fines et de l'encre de la pâte.

Le procédé de flottation (FLOT 1) démontra la meilleure blancheur, cela grâce au peroxyde d'hydrogène et à son effet blanchissant lors de la trituration.

La blancheur du papier issu de la trituration dans le mélangeur et du lavage est inférieure à celle des papiers issus de la flottation et du recyclage assisté par explosion avec utilisation de sulfite de sodium. Cependant, le procédé de dispersion à haute température utilisant du sulfite de sodium combiné avec le lavage a une meilleure efficacité d'élimination de l'encre, montre moins de particules d'encre restantes inférieures à 50 μm , et montre également une concentration réelle de l'encre résiduelle et un coefficient b^* plus bas. De même, ce procédé a une bonne capacité pour diminuer la quantité de particules de grande taille en les dispersant.

Le procédé de recyclage par explosion à 175 °C avec utilisation de sulfite de sodium produit du papier ayant une résistance supérieure à celle des papiers issus de la trituration combinée avec la flottation ou le lavage. De meilleures propriétés mécaniques sont obtenues grâce à un meilleur développement de la surface des fibres et surtout grâce à un contenu sulfonique supérieur qui favorise les liaisons inter-fibres. Toutefois, la soude caustique dans le procédé classique permet un meilleur gonflement et une meilleure élasticité des fibres.

6.4 Les travaux futurs.

Même si les résultats présentés peuvent aider à mieux définir les conditions optimales pour le procédé commercial, il faudra tout de même entreprendre une étude économique approfondie de la faisabilité de ce projet avant de passer à une éventuelle application industrielle. Aux coûts du réacteur Stake Tech. et de la laveuse, il faudra ajouter le coût du blanchiment additionnel et du nettoyage de l'eau de lessive. Pour répondre à l'exigence de

blancheur de 60% MgO demandée par l'industrie papetière, il faudra employer une étape de blanchiment au peroxyde ou à l'hydrosulfite. L'application de la technologie de la mise en pâte au recyclage et désencrage élimine le besoin de triturateurs et de cellules de flottation mais, par contre, produit une grande quantité d'eau de lessive. Les réglementations environnementales sont de plus en plus sévères à l'égard de la pollution de l'eau par l'industrie papetière. Une dispersion fine de l'encre est difficile à sédimenter. En plus des traitements primaire et secondaire, il faudra peut-être utiliser la micro-filtration ou l'application de membranes pour le nettoyage de l'eau de lessive.

Une autre recherche axée sur l'utilisation d'autres produits chimiques pouvant permettre d'améliorer la blancheur du produit final pourrait être effectuée. D'autres produits chimiques comme, par exemples, l'acide formamidine sulfinique, le borhydrure de sodium et l'hydrosulfite de sodium pourraient être employés avec le sulfite de sodium dans cette recherche.

BIBLIOGRAPHIE

1. Christensen, B., "Overview of the solid waste disposal challenge", Symposium on Waste Paper in Newsprint and Printing and Writing Grades, CPPA Proceedings, Montréal, Canada, pp. 5-17 (1990).
2. Anonyme, "Moi mes souliers ont beaucoup...", Le Papetier, 25 (3):3-5 (1990).
3. Rush, T. H., "The politics of recycling", Pulp and Paper Can., 91 (4):21-24 (1990).
4. Canadian Council of Minister of the Environment, "National Packaging Protocol", Canada, Avril (1989).
5. Anonyme, "Le recyclage à la Québécoise", Le Papetier, 28 (2):3-5 (1992).
6. Association des industries forestières du Québec, "Coup d'oeil 1999" Sainte-Foy, Canada, Février (2000).
7. Takayanagi, H., "DIP (deinked pulp) for newsprint can save energy", Pulp and Paper Can., 87 (1):T8-T10 (1986).
8. Anonym, "Les déchets - une ressource potentielle appreciable", Skogsindustrierna, (3):1-3 (1991).
9. Cathie, K. et Pearson, N., "Future changes in printing processes and ink formulations and their effect on the deinking industry", Tappi Recycling Symposium, Boston, États-Unis, pp. 313-318 (1994).
10. Lévesque, M., "Le recyclage et le désencrage des papiers et des cartons", Chap. 1, 1ère éd., Centre collégial de développement de matériel didactique, Montréal, Canada, pp. 8-9 (1999).

11. Mason, W. H., " Pulp and board from steam-exploded wood", Paper Trade J., 84 (8):131-136 (1927).
12. Mason, W. H., "Apparatus for explosion fibrillation of lignocellulose material" Brevet américain #1655618, Janvier (1928).
13. Koran, Z., Kokta, B. V., Valade, J. L. et Law, K. N., "Fibre characteristic of masonit pulp", Pulp and Paper Can., 84 (11):T107-T113 (1983).
14. Asplund, A., "The origine and developement of the defibrator process", Svensk Papperstid., 56 (14):550-559 (1953).
15. O'Connor, J. J., "Ammonia explosion pulping: A new fiber separation process", Tappi, 55 (3):353-362 (1972).
16. Mamers, H., Menz, D. et Yuritta, J. P., "Explosion treatment of annual and fast-growing plants", Appita, 33 (3):201-205 (1979).
17. Mamers, H., Menz, D. et Yuritta, J. P., "Explosion treatment of Phormium Tenax (New Zealand flax)", Appita, 34 (4):281-286 (1981).
18. Mamers, H., Yuritta, J. P. et Menz, D., "Explosion pulping of bagasse and wheat straw", Tappi, 64 (7):93-96 (1981).
19. Chaudhuri, P. B., "Explosion pulping - exploratory trials", Tappi J., 72 (12):196-200 (1989).
20. Kokta, B. V., "Process for preparing pulp for papermaking", Brevet canadien 1230208, Décembre (1987).
21. Kokta, B. V., "Process for preparing pulp for papermaking", Brevet américain 4798651, Janvier (1987).
22. Kokta, B. V. et Vit, R., "New ultra-high-yield V-pulping process", Papir a Celuloza, 44 (11):V73-V80 (1989).

23. Kokta, B. V., Ahmed, A., Zhan, H. et Barbe, M., "Explosion pulping of aspen, Part 2. Effect of operating conditions on resulting paper properties", *Paperi ja Puu - Paper and Timber*, 71 (9):1044-1055 (1989).
24. Kokta, B. V. et Daneault, C., "Brightening ultra-high-yield hardwood pulps with hydrogen peroxide and sodium sulfite", *Tappi J.*, 69 (9):130-133 (1986).
25. Barbe, M. C., Kokta, B. V., Lavallée, H. C. et Taylor, J., "Aspen pulping: A comparison of stake explosion and chemi-mechanical pulping processes", *Pulp and Paper Can.*, 91(12):142-147 (1990).
26. Tomasec, M. et Kokta, B. V., "Steam-explosion pulping: Effect of temperature and pressure on paper properties at constant pulp yield and ionic content", *Tappi J.*, 74 (12):119-125 (1991).
27. Hua, X., Kaliaguine, S., Kokta, B. V. et Adnot, A., "Surface analysis of explosion pulps by ESCA", *Wood Science and Technology*, 27 (6):449-459 (1993).
28. Tanahashi, M., Goto, T., Horii, F., Hirai, A. et Higuchi, T., "Characterisation of steam exploded wood III.", *Mokuzai Gakkaishi*, 35 (7):654-662 (1989).
29. Ben, Y., Kokta, B. V. et Doucet, J., "Effect of sodium bicarbonate on steam explosion pulping of aspen: Physical properties and ESCA investigations", *Holzforschung*, 48 (2):173-178 (1994).
30. Hua, X., Capretti, G., Focher, B., Marzetti, A., Kokta, B. V. et Kaliaguine, S., "Characterization of aspen explosion pulp by CP/MAS ^{13}C NMR", *Applied Spectroscopy*, 47 (10):1693-1695 (1993).
31. Kokta, B. V. et Deming, Z., "Black spruce pulping: A comparison of explosion and conventional chemi-mechanical pulping processes", *IPPTA*, 3 (2):1-15 (1991).

32. Kokta, B. V. et Ahmed, A., "Feasibility of explosion pulping of bagasse", *Cellulose Chemistry and Technology*, 26 (1):107-123 (1992).
33. Krkoska, P., Kokta, B. V. et Kubikova, J., "Papermaking characterization of pulp fibres; Papermaking properties of chemo-thermomechanical and explosive pulps", *Cellulose Chemistry and Technology*, 28 (1):95-102 (1994).
34. Kokta, B. V. et Ahmed, A., "Explosion pulping of eucalyptus: Comparison with CTMP and CMP", *Wood Science and Technology*, 27(4):271-279 (1993).
35. Kokta, B. V., Chen, R., Zhan, H-Y., Barette, D. et Vit, R., "Pâte à très haute rendement: Mise en pâte-V et blanchiment à partir de tremble", *Pulp and Paper Can.*, 89 (3):T91-T97 (1988).
36. Ruzinsky, F., Kokta, B. V. et Garceau, J. J., "Ultra-high-yield pulping processes using the $\text{Na}_2\text{SO}_3\text{-MgCO}_3$ system", 45ième Congrès Canadien de Génie Chimique, Québec, Canada, pp. 283 (1995).
37. Ruzinsky, F., Kokta, B. V., Tomasec, M. et Garceau, J. J., "Relation between ultra-high yield aspen pulp properties and fiber characteristics by multiple linear regression", *Cellulose Chemistry and Technology*, 30 (3-4):267-279 (1996).
38. Law, K. N. et Bi, S. L., "Explosion pulping of black spruce", *Tappi J.*, 72 (1):111-114 (1989).
39. Law, K. N. et Valade J. L., "Myth of fiber liberation during explosion pulping", *J. Pulp and Paper Sci.*, 16 (1):41-42 (1990).
40. Rees, F., "New pulping process solves paper recycling problems", *Can. Pulp and Paper*, 32 (11):79 (1979).
41. Anonyme, "Chesapeake joins a recycling project with enormous potential" *International Paper Board Industry*, 34 (2):32-34 (1991).

42. Mentz, J. R., "Steam explosion technology", Tappi Pulping Conference, Orlando, États-Unis, pp. 83-84 (1991).
43. Seifert, P., "Recent innovations in paper recycling", Tappi J., 77 (2):149-152 (1994)
44. Bouchette, M. P., "Steam explosion technology and fiber recycling", Focus 95+ Landmark, Paper Recycling Symposium, Atlanta, États-Unis, pp. 321-325 (1991).
45. Kendall, J., "Recycling for a better environment", Plan & Print, N65 (2):20-21 (1991).
46. Cox, J., "New (recycling) technology explodes on the recycling scene", Am. Paper Maker, 54 (3):34-35 (1991).
47. Stinson, S., "Steam (explosion) process recycled variety of paper waste", Chem. Eng. News, 69 (1):22, (1991).
48. Schmitt, G. D. et Doshi, M. R., "semianual patent review", Progres in paper recycling, 2 (1):49-54 (1992).
49. Sharma, A. K., Forester, W. K. et Shriver E. H., "Physical and optical properties of steam-exploded laser-printed paper", Tappi J., 79 (5):211-221 (1996).
50. Marchessault, R. H., Debzi, E. M. et Excoffier, G., "Deinking of xerografic prints assisted by steam-explosion", 82nd Annual Meeting, CPPA, Montréal, Canada, pp. B111-B115 (1996).
51. Marchessault, R. H., Debzi, E. M., Rioux, P. et Excoffier, G., "Flash hydrolysis: A batch process for deinking of copier print", 45ième Congrès Canadien de Génie Chimique, Québec, Canada, pp. 295 (1995).

52. Debzi, E. M., Marchessault, R. H., Excoffier, G. et Chanzy, H., "Flash hydrolysis deinking of laser print using degradable toner resin", 4th Research Forum on Recycling, Québec, Canada, pp. 243-247 (1997).
53. Ahmed A., Kokta B. V., Hornsey D. et Marchildon L., "Application of steam explosion process in deinking of newspaper: Part 1", Progress in Paper Recycling, 3 (3):60-65 (1994).
54. Ruzinsky F. et Kokta B. V., "Application of steam explosion process in deinking of newspapers: Effect of cooking parameters on mechanical and optical properties", Progress in Paper Recycling, 78 (3):47-53 (1998).
55. Altieri, A. M. et Wendell, J. W., "Deinking of wastepaper", Chap. 1, 1ère éd., TAPPI, New York, États-Unis, pp.1 (1967).
56. Jelks, J. W., "Developments in flotation deinking of waste paper", Tappi, 37 (10):176A-180A (1954).
57. Brown G. G. et al., "Unit operations", 1ère éd., John Wiley & Sons, New York, États-Unis, pp. 99 (1950).
58. Bernard, E., "Désencrage: nouveaux procédés", Revue ATIP, 33 (9):429-440 (1979).
59. Galland, G., "Désencrage par flottation des papiers imprimés", Ind. minérale, Ser. Techniques, (5):259-265 (1983).
60. Mattingley, J. T., "Residual chemical effects in secondary fiber operation", Tappi J., 67 (6):74-77 (1984).
61. Larsson, A., Stenius, P. et Odberg, L., "Surface chemistry in flotation deinking, Part 2, The importance of ink particle size", Svensk Papperstid., 87 (18):R158-169 (1984).

62. Marchildon, L., Lapointe, M. et Chabot, B., "Le désencrage en laboratoire du papier journal par technique de flottation, CPPA Conférence Technol. Estivale, Pointe-au-Pic, Canada, pp. 37-41 (1987).
63. Rangamannar, G. et Silveri, L., "Effective secondary fiber treatment process for high quality deinked pulp", Tappi J., 73 (7):188-191 (1990).
64. Larsson, A., Stenius, P. et Ödberg, L., "Surface chemistry in flotation deinking, Part 3. Deposition of ink and calcium soap particles on fibers", Svensk Papperstid., 88 (3):R2-R7 (1985).
65. Ali, T., Mclellan, F., Adiwinata, J., May, M. et Evans, T., "Functional and performance characteristics of soluble silicates in deinking, Part I: Alkaline deinking of newsprint & magazine", 1st Research Forum on Recycling, CPPA, Toronto, Canada, pp. 21-29 (1991).
66. Chorley, L. M., "Deinking option for newsprint", Symposium on Waste Paper in Newsprint and Printing & Writing Grades, CPPA Proc., Montréal, Canada, pp. 91-97 (1990).
67. Lapoint, M., "Le désencrage de vieux papiers, Influence de la grosseur des particules sur l'efficacité du procédé de flottation", Les pâtes à haut rendement et la valorisation des fibres recyclées, Deuxièmes entretiens du Centre Jacques-Cartier, Trois-Rivières, Canada, pp. 53-54 (1988).
68. Gayer, C.L., "Physical chemistry of pigments in paper coating", 1ère éd., Tappi Press, Atlanta, États-Unis, pp. 140-141 (1987).
69. Harkins, W. D. et Cheng, Y. C., "Orientation of molecules in surfaces. VI. Cohesion, adhesion, tensile strength, tensile energy, negative surface energy, interfacial tension and molecular attraction", Journal Am. Chem. Soc., 43 :35-53 (1921).
70. Osipov, L. I., "Surface chemistry, Theory and industrial application", Chap. 2, 1ère éd., Rober E. Krieger Publishing Company, New York, États-Unis, pp. 10-12 (1972).

71. Osipov, L. I., "Surface chemistry, theory and industrial application", Chap. 2, 1ère éd., Rober E. Krieger Publishing Company, New York, États-Unis, pp. 9 (1972).
72. Tanahashi, M., Karina, M. et Higuchi, T., "Cleavage of lignin in wood by steam-explosion", Fourth International Symposium on Wood and Pulping Chemistry, Paris, France, pp. 343-347 (1987).
73. Jarrehult, B., Horacek, R. G. et Lindquist, M. L., "Deinking of wastepaper containing flexographic inks", Tappi Pulping Conf., Seattle, État-Unis, pp. 391-405 (1989).
74. Aspler, J. S., Sui, O. et Zang, Y.-H., "Bonding between vegetable oil inks and cellulose", 1995 TAGA / IARiGAI Technical Conference, TAGA Proc., pp. 894 - 914 (1995).
75. Sukhov, D. A., Zilkin, A. N., Valov, P. M. et Terentiev, O. A., "Cellulose structure in relation to paper properties", Tappi J., 74 (3):201-204 (1991).
76. Kennedy, J. F., Philips, G. O. et Williams, P. A., "Cellulosic: pulp, fibre and environmental aspects", 1ère éd., Ellis Horwood Limited, Chichester, Angleterre, pp. 57-62 (1993).
77. Ruzinsky, F., Kokta, B. V. et Garceau, J. J., "Steam explosion pulping and classical ultra-high-yield pulping processes using the Na_2SO_3 - MgCO_3 system", Nordic Pulp and Paper research J., 10 (1):74-79 (1995).
78. Shaw, A. C., "Simulation of secondary refining", Pulp and Paper Can., 85 (6):T152-T155 (1984).
79. Ruzinsky, F. et Kokta B. V.; "Application de la technologie de la mise en pâte au recyclage et désencrage. Traitement de dispersion", Communication interne, CRPP, Université du Québec à Trois-Rivières, Trois-Rivières, Canada, (1994).

80. Schmidt, S. R. et Launsby, R. G., "Understanding industrial designed experiments", Chap. 3, 4e éd., Air Academy Press, Colorado Springs, États-Unis, pp. 3.34-3.39 (1997).
81. Carasco, F., "Ultara-high-yield pulping of aspen: method for evaluating paper properties, Second chemical addition to an 8% Na₂SO₃ solution affects suphonate formation", Pulp and Paper Can., 94 (3):44-49 (1993).
82. Carrasco, F., Kokta, B. V., Ahmed, A. et Garceau, J. J., "Ultra high yield pulping: Relation between pulp properties and fiber characteristics by multiple linear regression", Book I , Tappi Pulping Conf., pp. 407-414(1991).
83. Scallan, A., "An alternative approach to the Kubelka Munk theory", Journal of Pulp and Paper Sci., 11 (3):J80-J84 (1985).
84. Popson, S. J. et Malthouse, D. D., "Measurement and control of the optical properties of paper", Technidyne Corporation, New Albany, États-Unis, pp. 15 (1990)
85. Popson, S. J. et Malthouse, D. D., "Measurement and control of the optical properties of paper", Technidyne Corporation, New Albany, États-Unis, pp. 22 (1990).
86. Popson, S. J. et Malthouse D. D., "Measurement and control of the optical properties of paper", Technidyne Corporation, New Albany, États-Unis, pp. 26 (1990).
87. Popson, S. J. et Malthouse D. D., "Measurement and control of the optical properties of paper", Technidyne Corporation, New Albany, États-Unis, pp. 35 (1990).
88. Tasman, J. E., "The fiber length of Bauer-McNett screen fractions", Tappi, 55 (1):136-138 (1972).

89. Thode, E. F., Bergomi, J. G. Jr. et Unson, R. E., "The application of a centrifugal water retention test to pulp evaluation", *Tappi*, 43 (5):505-512 (1960).
90. Lebel, R. G., Nobleza, G. C. et Paquet, R., "Retention value indicates machine runnability of pulp", *Pulp and Paper Can.*, 80 (5):T135-T140 (1979).
91. Katz, S., Beatson, R. P. et Scallan, A. M., "The determination of strong and weak acid groups in sulphite pulps", *Svensk Papperstid.*, 87 (6):R48-R53 (1984).
92. Heitner, C., Attack, D., "Dynamic mechanical properties of sulfite treated aspen, *International Symposium of Wood Pulping Chemistry*", Vol. 2, Japon, pp. 36-41 (1992).
93. Vikstrom, B. et Nelson, P., "Mechanical properties of chemically treated wood in relation to properties of chemimechanical pulps", *Tappi*, 63 (3):87-91 (1980).
94. Beatson, R. P., Heitner, C., Rivest, M. et Attack, D., "Sulphite treatment of aspen, Factor affecting the formation of carboxylate and sulfonate groups", *Paperi ja Puu - Paper and Timber*, 67 (11):702-705,707-708 (1985).
95. Law, K. N., Lapointe, M. et Valade, J. L., "Chemithermomechanical pulping of mixtures of different species of hardwoods", *Tappi J.*, 69 (7):80-83, (1986).
96. Jordan, B. D. et Popson, S. J., "Measuring the concentration of residual ink in recycled newsprint", *Journal of Pulp and Paper Science*, 20 (60):J161-J167 (1994).
97. Temanex Consulting Inc., "Fibre deterioration from repeated recycling and paper recycling simulation model: Executive summary", *Progress in Paper Recycling*, 2 (4):61-63 (1993).

98. Law, K. N., "Study on cyclic reslushing of mechanical pulps", *Progress in Paper Recycling*, 6 (1):32-38 (1996).
99. Bobalek, J. F. et Chaturvedi, M., "The effect of recycling on the physical properties of handsheets", *Tappi Pulping Conference*, New Orleans, États-Unis, pp. 149-153 (1988).
100. Nazhad, M. et Paszner, L., "Temperature effect on paper recycling", *Progress in Paper Recycling*, 3 (4):22-28 (1994).
101. Jones, G. L., "Simulating end - use performance [of recycled fibers]", *Tappi J.*, 72 (10):189-197 (1989).
102. Nazhad, M. M. et Paszner, L., "Fundamentals of strength loss in recycled paper, *Tappi*, 77 (9):171-179, (1994).
103. Howarth, P., "The fundamental problem in recycling", *Progress in Paper Recycling*, 3 (3):66-70, (1994).
104. Marton, R., Brown, A., Granzow, S., Koeppicus, R. et Tomlinson, S., "Recycling and fiber structure", *Progress in Paper Recycling*, 2 (2):58-70, (1993).
105. Valade, J. L., Law, K. N. et Peng, Y. X., "Influence of blending virgin pulp on the papermaking potential of reslushed fibres", *Progress in Paper Recycling*, 3 (2):60-69, (1994).
106. Stockman, L. et Teder, A., "The effect of drying on the properties of papermaking pulps. II. The effect of heat treatment on the mechanical properties", *Svensk Papperstid.*, 66 (20):822-832(1963).
107. Hurtubise, F., "Application of infrared spectroscopy to cellulose chemistry", *Canadian Textile Journal*, 76 (12):53-60(1959).

108. Rowen, J. W., Hunt, C. M., et Plyler, E. K., "Absorption spectra in the detection of chemical changes in cellulose and cellulose derivatives", *Journal of Research of the National Bureau of Standards*, 39 (4):133-140 (1947).
109. Forziati, F. H., Rowen, J. W., et Plyler, E. K., "Spectrophotometric determination of carboxyl in cellulose", *Journal of Research of the National Bureau of Standards*, 46 (4):288-291 (1951).
110. Liang, C. Y., Bassette, K. H., McGinnes, E. A. et Marchessault, R. H., "Infrared spectra of crystalline polysacharides", *Tappi*, 43 (12):1017-1024 (1960).
111. Michell, A. J., Waston, A. J. et Higgins, H. G., "An Infrared Spectroscopic Study of Delignification of Eucalyptus Regnans", *Tappi*, 48 (9):520-532 (1965).
112. Bikales, N. M., "Cellulose and cellulose derivatives", Part IV, Chap. 8, Toronto, Canada (1971).
113. Grandmaison, J. L., Ahmed, A. et Kaliaguine, S., "Solid residues from supercritical extraction of wood", *Pyrolysis oils from biomass: producing analysing and upgrading*, ACS Symposium series No. 376, Chap. 14, Americal Chemical Society, Washington, États-Unis, pp. 139-155 (1988).
114. Higgins, H. G., Michell, A. J. et Waston, A. J., "Some basic aspects of NSSC pulping", *Appita* 20(6):126-136 (1967).
115. Ben, Y., "Mise en pâte par un procédé d'explosion. Les effets du prétraitement chimique", Thèse de doctorat, Université Laval, Québec, Canada (1993).
116. Blain, T., Grant, J. et Oldroyd, D., "Short sequence recycling: The mechanism. Part I", *Pulp and Paper Can.*, 96 (5):T186-T190 (1995).

117. Blain, T., Grant, J. et Oldroyd, D., "Short sequence recycling: The mechanism. Part II", *Pulp and Paper Can.*, 96 (5):T191-T194 (1995).
118. Kosikova, B., Ebringerova, A. et Kacurakova, M., "Structural changes of spruce wood lignin-polysaccharides complex upon steaming", *Drevarsky vyskum*, (2):1-8 (1993).
119. Lévesque, M., "Le recyclage et le désencrage des papiers et des cartons", Chap. 6, 1ère éd., Centre collégial de développement de matériel didactique, Montréal, Canada, pp. 73 (1999).
120. Lévesque, M., "Le recyclage et le désencrage des papiers et des cartons", Chap. 11, 1ère éd., Centre collégial de développement de matériel didactique, Montréal, Canada, pp. 220-221 (1999).
121. Lévesque, M., "Le recyclage et le désencrage des papiers et des cartons", Chap. 10, 1ère éd., Centre collégial de développement de matériel didactique, Montréal, Canada, pp. 166-167 (1999).
122. Walmsley, M. et Silveri, L., "Relationship among image analysis measurement, dirt count, brightness and ERIC", *Paper Recycling Challenge - Process Control and Mensuration*, Volume IV, Doshi and Associates, Inc., Appleton, États-Unis, pp. 45-56 (1999).
123. Heitner, C. et Min, T., "The effect of sulphite treatment on the brightness and bleachability of chemithermomechanical pulp", *Tappi Pulping Conference*, New Orleans, États-Unis, pp. 161-166 (1988).
124. Sundholm, J., "Mechanical pulping", Chap. 8, 1ère éd., Fapet Oy, Helsinki, Finlande, pp. 223-228 (1999).

ANNEXE A

LES TABLEAUX POUR LE RECYCLAGE MULTIPLE

TABLEAU A.1 Les propriétés physiques et mécaniques du papier recyclé issu de la pâte d'explosion.

| Nombre de recyclages (190°C/1 min.) | PE 0 | PE 1 | PE 2 | PE 3 | PE 4 | PE 5 |
|--|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| L.R. (km) | 7,94 | 6,67 | 6,27 | 5,94 | 5,87 | 6,22 |
| Écart-type | 0,17 | 0,26 | 0,24 | 0,13 | 0,37 | 0,36 |
| Indice d'éclatement (kPa.m ² /g) | 3,86 | 3,05 | 2,97 | 2,07 | 2,86 | 2,92 |
| Écart-type | 0,20 | 0,11 | 0,11 | 0,13 | 0,11 | 0,19 |
| Indice de déchirure (mN.m ² /g) | 5,81 | 5,86 | 5,85 | 5,68 | 6,03 | 5,63 |
| Écart-type | 0,30 | 0,34 | 0,19 | 0,29 | 0,21 | 0,18 |
| Test en direction Z (kPa) | 614,5 | 546,5 | 547,9 | 569,2 | 534,9 | 523,5 |
| Écart-type | 17,8 | 21,3 | 15,7 | 22,1 | 18,1 | 38,6 |
| Test de liaison Scott (J/m ²) | 262,0 | 232,5 | 169,0 | 181,4 | 172,1 | 165,9 |
| Écart-type | 21,7 | 17,1 | 17,1 | 20,2 | 14,0 | 17,1 |
| L.R. 0 (km) | 15,30 | 14,49 | 13,98 | 13,61 | 14,56 | 14,27 |
| Écart-type | 0,94 | 1,03 | 0,87 | 1,03 | 0,88 | 0,89 |
| Porosité (mL/min.) | 8 | 43 | 60 | 84 | 74 | 70 |
| Écart-type | 1 | 2 | 5 | 11 | 6 | 7 |
| Densité (kg/m ³) | 545,0 | 537,6 | 533,8 | 527,3 | 524,2 | 525,5 |
| Grammage (g/m ²) | 60,50 | 59,46 | 59,46 | 58,69 | 59,23 | 59,64 |
| Épaisseur (mm) | 0,1110 | 0,1106 | 0,1114 | 0,1113 | 0,1130 | 0,1135 |
| Écart-type | 0,0034 | 0,0035 | 0,0020 | 0,0018 | 0,0029 | 0,0030 |

TABLEAU A.2 Les propriétés physiques et mécaniques du papier recyclé issu de la pâte chimicomécanique.

| Nombre de recyclages (190°C/1 min.) | PCM 0 | PCM 1 | PCM 2 | PCM 3 | PCM 4 | PCM 5 |
|--|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| L.R. (km) | 7,09 | 6,26 | 6,02 | 5,65 | 5,67 | 5,48 |
| Écart-type | 0,25 | 0,22 | 0,11 | 0,22 | 0,14 | 0,22 |
| Indice d'éclatement (kPa.m ² /g) | 3,20 | 2,87 | 2,67 | 2,62 | 2,54 | 2,69 |
| Écart-type | 0,16 | 0,10 | 0,16 | 0,16 | 0,18 | 0,07 |
| Indice de déchirure (mN.m ² /g) | 5,79 | 5,37 | 5,26 | 5,40 | 5,47 | 5,46 |
| Écart-type | 0,26 | 0,11 | 0,17 | 0,14 | 0,27 | 0,19 |
| Test en direction Z (kPa) | 566,9 | 521,0 | 546,8 | 542,0 | 530,0 | 526,8 |
| Écart-type | 21,4 | 20,0 | 19,1 | 18,9 | 17,6 | 24,9 |
| Test de liaison Scott (J/m ²) | 179,8 | 153,5 | 175,2 | 167,4 | 156,6 | 173,6 |
| Écart-type | 1,6 | 14,0 | 10,9 | 20,2 | 18,6 | 17,1 |
| L.R. 0 (km) | 15,28 | 13,64 | 13,35 | 13,16 | 13,47 | 13,56 |
| Écart-type | 0,82 | 0,82 | 1,19 | 0,86 | 1,28 | 1,36 |
| Porosité (mL/min.) | 22 | 54 | 67 | 73 | 71 | 76 |
| Écart-type | 1 | 4 | 3 | 3 | 4 | 6 |
| Densité (kg/m ³) | 522,9 | 527,4 | 523,4 | 524,4 | 518,2 | 524,9 |
| Grammage (g/m ²) | 59,25 | 60,12 | 60,14 | 60,15 | 60,37 | 59,94 |
| Épaisseur (mm) | 0,1133 | 0,1140 | 0,1149 | 0,1147 | 0,1165 | 0,1142 |
| Écart-type | 0,0033 | 0,0026 | 0,0033 | 0,0019 | 0,0022 | 0,0021 |

TABLEAU A.3 Les propriétés physiques et mécaniques du papier recyclé issu de la pâte chimico-thermomécanique.

| Nombre de recyclages (190°C/1 min.) | PCTM 0 | PCTM 1 | PCTM 2 | PCTM 3 | PCTM 4 | PCTM 5 |
|--|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| L.R. (km) | 4,63 | 4,14 | 4,27 | 4,37 | 4,35 | 4,50 |
| Écart-type | 0,18 | 0,14 | 0,13 | 0,27 | 0,17 | 0,24 |
| Indice d'éclatement (kPa.m ² /g) | 1,81 | 1,67 | 1,70 | 1,85 | 1,89 | 1,90 |
| Écart-type | 0,11 | 0,06 | 0,08 | 0,07 | 0,09 | 0,08 |
| Indice de déchirure (mN.m ² /g) | 3,92 | 3,55 | 3,90 | 4,15 | 4,00 | 4,05 |
| Écart-type | 0,15 | 0,19 | 0,15 | 0,31 | 0,15 | 0,19 |
| Test en direction Z (kPa) | 457,2 | 432,2 | 430,8 | 466,2 | 484,0 | 466,4 |
| Écart-type | 24,8 | 14,3 | 10,6 | 9,0 | 18,1 | 8,2 |
| Test de liaison Scott (J/m ²) | 97,7 | 85,3 | 89,9 | 103,9 | 100,8 | 107,0 |
| Écart-type | 12,4 | 4,7 | 9,3 | 10,9 | 9,3 | 10,9 |
| L.R. 0 (km) | 12,17 | 12,10 | 11,22 | 11,96 | 11,09 | 11,66 |
| Écart-type | 1,31 | 1,15 | 1,27 | 1,17 | 1,57 | 1,03 |
| Porosité (mL/min.) | 105 | 159 | 145 | 114 | 127 | 110 |
| Écart-type | 7 | 3 | 7 | 6 | 5 | 7 |
| Densité (kg/m ³) | 449,6 | 446,4 | 438,8 | 464,6 | 458,1 | 474,6 |
| Grammage (g/m ²) | 59,71 | 60,62 | 59,55 | 59,98 | 60,42 | 60,42 |
| Épaisseur (mm) | 0,1328 | 0,1358 | 0,1357 | 0,1291 | 0,1319 | 0,1273 |
| Écart-type | 0,0024 | 0,0022 | 0,0027 | 0,0029 | 0,0014 | 0,0032 |

TABLEAU A.4 Les propriétés physiques et mécaniques du papier recyclé issu de la pâte kraft.

| Nombre de recyclages (190°C/1 min.) | K 0 | K 1 | K 2 | K 3 | K 4 | K 5 |
|--|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| L.R. (km) | 7,19 | 3,97 | 3,83 | 3,69 | 4,07 | 3,76 |
| Écart-type | 0,37 | 0,29 | 0,11 | 0,27 | 0,16 | 0,26 |
| Indice d'éclatement (kPa.m ² /g) | 5,10 | 2,76 | 2,52 | 2,44 | 2,76 | 2,70 |
| Écart-type | 0,25 | 0,15 | 0,15 | 0,14 | 0,11 | 0,18 |
| Indice de déchirure (mN.m ² /g) | 7,93 | 10,99 | 10,97 | 11,25 | 10,74 | 10,65 |
| Écart-type | 0,42 | 0,42 | 0,16 | 0,32 | 1,13 | 0,47 |
| Test en direction Z (kPa) | 546,4 | 309,9 | 383,5 | 401,6 | 360,4 | 391,8 |
| Écart-type | 32,4 | 22,5 | 8,3 | 21,8 | 26,5 | 10,3 |
| Test de liaison Scott (J/m ²) | 164,3 | 83,7 | 93,0 | 72,9 | 82,2 | 83,7 |
| Écart-type | 10,9 | 4,7 | 7,8 | 9,3 | 6,2 | 14,0 |
| L.R. 0 (km) | 13,85 | 11,53 | 11,28 | 10,87 | 11,43 | 11,27 |
| Écart-type | 0,65 | 0,75 | 0,64 | 0,86 | 0,61 | 1,19 |
| Porosité (mL/min.) | 500 | 690 | 660 | 754 | 723 | 682 |
| Écart-type | 42 | 86 | 57 | 75 | 65 | 80 |
| Densité (kg/m ³) | 604,0 | 571,8 | 575,0 | 564,3 | 575,1 | 563,6 |
| Grammage (g/m ²) | 60,16 | 60,27 | 58,94 | 59,42 | 61,36 | 60,70 |
| Épaisseur (mm) | 0,0996 | 0,1054 | 0,1025 | 0,1053 | 0,1067 | 0,1077 |
| Écart-type | 0,0031 | 0,0035 | 0,0022 | 0,0019 | 0,0017 | 0,0022 |

TABLEAU A.5 Les propriétés physiques et mécaniques du papier recyclé issu de la pâte kraft raffinée.

| Nombre de recyclages (190°C/1 min.) | KR 0 | KR 1 | KR 2 | KR 3 | KR 4 | KR 5 |
|--|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| L.R. (km) | 8,35 | 5,40 | 5,01 | 5,06 | 5,16 | 5,01 |
| Écart-type | 0,36 | 0,29 | 0,15 | 0,23 | 0,16 | 0,36 |
| Indice d'éclatement (kPa.m ² /g) | 5,28 | 3,69 | 3,50 | 3,52 | 3,57 | 3,52 |
| Écart-type | 0,26 | 0,21 | 0,19 | 0,18 | 0,17 | 0,15 |
| Indice de déchirure (mN.m ² /g) | 7,33 | 9,23 | 10,40 | 9,81 | 9,46 | 9,66 |
| Écart-type | 0,58 | 0,21 | 0,37 | 0,53 | 0,26 | 0,16 |
| Test en direction Z (kPa) | 635,2 | 421,4 | 455,7 | 477,7 | 463,5 | 449,6 |
| Écart-type | 21,4 | 14,5 | 19,4 | 21,2 | 26,3 | 19,0 |
| Test de liaison Scott (J/m ²) | 206,2 | 97,7 | 110,1 | 108,5 | 111,6 | 127,1 |
| Écart-type | 12,4 | 7,8 | 12,4 | 1,6 | 6,2 | 10,9 |
| L.R. 0 (km) | 15,32 | 12,37 | 12,54 | 12,10 | 11,96 | 11,92 |
| Écart-type | 0,97 | 1,28 | 1,07 | 1,14 | 0,79 | 0,72 |
| Porosité (mL/min.) | 128 | 402 | 416 | 454 | 454 | 402 |
| Écart-type | 19 | 23 | 34 | 58 | 50 | 36 |
| Densité (kg/m ³) | 661,0 | 610,5 | 580,4 | 586,6 | 590,4 | 586,0 |
| Grammage (g/m ²) | 59,49 | 58,85 | 59,14 | 58,89 | 59,39 | 58,83 |
| Épaisseur (mm) | 0,0900 | 0,0964 | 0,1019 | 0,1004 | 0,1006 | 0,1004 |
| Écart-type | 0,0005 | 0,0021 | 0,0021 | 0,0022 | 0,0029 | 0,0013 |

TABLEAU A.6 Les propriétés physiques et mécaniques du papier recyclé issu de la pâte thermomécanique.

| Nombre de recyclages (190°C/1 min.) | PTM 0 | PTM 1 | PTM 2 | PTM 3 | PTM 4 | PTM 5 |
|--|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| L.R. (km) | 4,87 | 5,23 | 4,92 | 4,87 | 4,77 | 4,51 |
| Écart-type | 0,32 | 0,26 | 0,22 | 0,18 | 0,25 | 0,21 |
| Indice d'éclatement (kPa.m ² /g) | 2,71 | 2,77 | 2,77 | 2,80 | 2,78 | 2,85 |
| Écart-type | 0,20 | 0,11 | 0,11 | 0,16 | 0,15 | 0,12 |
| Indice de déchirure (mN.m ² /g) | 8,74 | 8,35 | 8,33 | 8,51 | 8,13 | 8,16 |
| Écart-type | 0,16 | 0,31 | 0,16 | 0,26 | 0,27 | 0,10 |
| Test en direction Z (kPa) | 421,7 | 394,4 | 413,4 | 452,1 | 447,5 | 428,1 |
| Écart-type | 19,0 | 11,4 | 17,9 | 13,7 | 17,2 | 25,9 |
| Test de liaison Scott (J/m ²) | 116,3 | 119,4 | 122,5 | 134,9 | 138,0 | 144,2 |
| Écart-type | 21,7 | 17,1 | 9,3 | 14,0 | 14,0 | 9,3 |
| L.R. 0 (km) | 11,08 | 10,08 | 10,18 | 9,99 | 9,61 | 10,44 |
| Écart-type | 0,59 | 0,91 | 0,99 | 1,27 | 0,44 | 1,12 |
| Porosité (mL/min.) | 99 | 94 | 98 | 91 | 79 | 93 |
| Écart-type | 12 | 5 | 8 | 7 | 7 | 28 |
| Densité (kg/m ³) | 357,6 | 382,5 | 381,4 | 399,1 | 390,2 | 392,5 |
| Grammage (g/m ²) | 59,25 | 61,27 | 59,53 | 60,82 | 59,03 | 60,37 |
| Épaisseur (mm) | 0,1657 | 0,1602 | 0,1561 | 0,1524 | 0,1513 | 0,1538 |
| Écart-type | 0,0039 | 0,0026 | 0,0031 | 0,0021 | 0,0018 | 0,0017 |

TABLEAU A.7 Les propriétés optiques du papier recyclé issu de la pâte d'explosion.

| Nombre de recyclages (190°C/1 min.) | PE 0 | PE 1 | PE 2 | PE 3 | PE 4 | PE 5 |
|--|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Blancheur (3 g) (% MgO) | 61,22 | 57,10 | 54,87 | 53,84 | 54,08 | 53,96 |
| Écart-type | 0,77 | 0,53 | 0,72 | 0,65 | 0,64 | 0,67 |
| L* | 89,62 | 87,88 | 86,91 | 86,44 | 86,49 | 86,25 |
| a* | -1,37 | -0,61 | 0,02 | 0,36 | 0,31 | 0,25 |
| b* | 12,96 | 13,76 | 14,21 | 14,45 | 14,29 | 13,98 |
| Blancheur (1,2 g) (% MgO) | 57,11 | 55,69 | 53,26 | 48,34 | 50,69 | 51,78 |
| Écart-type | 0,58 | 0,69 | 0,59 | 2,59 | 1,05 | 0,84 |
| Opacité ISO (%) | 85,07 | 88,83 | 91,11 | 93,86 | 93,06 | 92,63 |
| Écart-type | 0,74 | 1,52 | 1,21 | 0,54 | 1,18 | 1,48 |
| Coef. de diffusion de la lumière (cm ² /g) | 338,8 | 383,5 | 405,3 | 419,2 | 422,1 | 417,5 |

TABLEAU A.8 Les propriétés optiques du papier recyclé issu de la pâte chimicomécanique.

| Nombre de recyclages (190°C/1 min.) | PCM 0 | PCM 1 | PCM 2 | PCM 3 | PCM 4 | PCM 5 |
|--|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Blancheur (3 g) (% MgO) | 62,72 | 55,89 | 53,01 | 52,74 | 52,53 | 51,71 |
| Écart-type | 0,87 | 0,64 | 0,75 | 0,77 | 0,76 | 0,67 |
| L* | 89,94 | 87,15 | 85,96 | 85,82 | 85,73 | 85,39 |
| a* | -1,31 | 0,24 | 0,64 | 0,73 | 0,79 | 0,84 |
| b* | 12,08 | 13,60 | 14,45 | 14,47 | 14,53 | 14,79 |
| Blancheur (1,2 g) (% MgO) | 58,68 | 53,34 | 51,27 | 50,71 | 50,95 | 50,02 |
| Écart-type | 0,72 | 0,75 | 0,73 | 0,66 | 0,59 | 0,46 |
| Opacité ISO (%) | 86,97 | 91,80 | 93,64 | 93,99 | 94,13 | 94,48 |
| Écart-type | 1,4 | 1,37 | 1,44 | 1,32 | 1,06 | 0,71 |
| Coef. de diffusion de la lumière (cm ² /g) | 383,1 | 415,8 | 440,6 | 445,6 | 450,6 | 455,5 |

TABLEAU A.9 Les propriétés optiques du papier recyclé issu de la pâte chimico-thermomécanique.

| Nombre de recyclages (190°C/1 min.) | PCTM 0 | PCTM 1 | PCTM 2 | PCTM 3 | PCTM 4 | PCTM 5 |
|--|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| Blancheur (3 g) (% MgO) | 68,02 | 60,17 | 57,74 | 55,98 | 55,50 | 54,31 |
| Écart-type | 1,00 | 0,64 | 0,68 | 0,77 | 0,66 | 0,72 |
| L* | 90,97 | 88,25 | 87,28 | 86,79 | 86,59 | 86,11 |
| a* | -0,87 | 0,07 | 0,30 | 0,52 | 0,45 | 0,60 |
| b* | 9,07 | 11,36 | 11,98 | 12,87 | 13,00 | 13,36 |
| Blancheur (1,2 g) (% MgO) | 64,80 | 58,54 | 56,51 | 54,55 | 53,87 | 53,12 |
| Écart-type | 0,68 | 0,71 | 0,71 | 0,66 | 0,75 | 0,65 |
| Opacité ISO (%) | 92,41 | 94,65 | 95,99 | 95,94 | 96,29 | 96,52 |
| Écart-type | 0,91 | 0,77 | 1,37 | 1,11 | 1,39 | 1,41 |
| Coef. de diffusion de la lumière (cm ² /g) | 562,7 | 551,0 | 591,1 | 561,9 | 564,4 | 566,0 |

TABLEAU A.10 Les propriétés optiques du papier recyclé issu de la pâte kraft.

| Nombre de recyclages (190°C/1 min.) | K 0 | K 1 | K 2 | K 3 | K 4 | K 5 |
|--|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Blancheur (3 g) (% MgO) | 69,32 | 63,89 | 62,81 | 62,26 | 61,98 | 61,48 |
| Écart-type | 0,57 | 0,33 | 0,35 | 0,30 | 0,40 | 0,37 |
| L* | 93,00 | 90,15 | 89,61 | 89,32 | 89,17 | 88,91 |
| a* | -1,27 | -0,39 | -0,28 | -0,17 | -0,12 | -0,07 |
| b* | 11,47 | 11,24 | 11,28 | 11,26 | 11,24 | 11,27 |
| Blancheur (1,2 g) (% MgO) | 65,05 | 62,34 | 61,53 | 60,98 | 60,47 | 60,10 |
| Écart-type | 1,18 | 0,58 | 0,65 | 0,58 | 0,65 | 0,67 |
| Opacité ISO (%) | 79,81 | 85,50 | 85,00 | 86,60 | 86,53 | 86,57 |
| Écart-type | 1,45 | 1,31 | 1,18 | 1,06 | 1,59 | 1,74 |
| Coef. de diffusion de la lumière (cm ² /g) | 177,9 | 365,0 | 356,3 | 373,6 | 356,9 | 355,8 |

TABLEAU A.11 Les propriétés optiques du papier recyclé issu de la pâte kraft raffinée.

| Nombre de recyclages (190°C/1 min.) | KR 0 | KR 1 | KR 2 | KR 3 | KR 4 | KR 5 |
|--|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Blancheur (3 g) (% MgO) | 66,77 | 62,75 | 61,90 | 61,65 | 61,19 | 60,97 |
| Écart-type | 0,51 | 0,42 | 0,28 | 0,27 | 0,28 | 0,32 |
| L* | 91,96 | 89,72 | 89,27 | 89,12 | 88,88 | 88,74 |
| a* | -1,96 | -0,45 | -0,25 | -0,25 | -0,17 | -0,14 |
| b* | 11,93 | 11,52 | 11,52 | 11,48 | 11,48 | 11,44 |
| Blancheur (1,2 g) (% MgO) | 66,27 | 60,90 | 60,00 | 59,72 | 59,33 | 59,09 |
| Écart-type | 0,68 | 0,49 | 0,51 | 0,52 | 0,50 | 0,51 |
| Opacité ISO (%) | 74,60 | 83,49 | 85,14 | 85,10 | 85,44 | 85,17 |
| Écart-type | 0,93 | 1,22 | 0,74 | 0,66 | 1,25 | 0,50 |
| Coef. de diffusion de la lumière (cm ² /g) | 267,3 | 333,1 | 346,6 | 343,0 | 341,8 | 338,3 |

TABLEAU A.12 Les propriétés optiques du papier recyclé issu de la pâte thermomécanique.

| Nombre de recyclages (190°C/1 min.) | PTM 0 | PTM 1 | PTM 2 | PTM 3 | PTM 4 | PTM 5 |
|--|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Blancheur (3 g) (% MgO) | 60,10 | 53,65 | 51,02 | 50,14 | 49,09 | 48,37 |
| Écart-type | 0,24 | 0,13 | 0,28 | 0,29 | 0,29 | 0,17 |
| L* | 88,56 | 85,56 | 84,34 | 83,90 | 83,38 | 82,97 |
| a* | -0,46 | 0,17 | 0,60 | 0,74 | 0,87 | 0,94 |
| b* | 12,31 | 13,35 | 13,91 | 14,07 | 14,28 | 14,35 |
| Blancheur (1,2 g) (% MgO) | 58,61 | 51,10 | 49,01 | 47,53 | 46,88 | 46,35 |
| Écart-type | 0,30 | 0,19 | 0,26 | 0,12 | 0,26 | 0,24 |
| Opacité ISO (%) | 96,10 | 97,75 | 97,87 | 98,17 | 97,98 | 98,36 |
| Écart-type | 0,62 | 0,60 | 0,63 | 0,54 | 0,79 | 0,87 |
| Coef. de diffusion de la lumière (cm ² /g) | 643,0 | 599,0 | 589,6 | 578,8 | 569,2 | 578,1 |

TABLEAU A.13 Les propriétés physico-chimiques et le rendement de la pâte d'explosion recyclée.

| Nombre de recyclages (190°C/1 min.) | PE 0 | PE 1 | PE 2 | PE 3 | PE 4 | PE 5 |
|--|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| pH | - | 5,92 | 6,02 | 6,02 | 6,03 | 6,02 |
| Rendement (%) | - | 99,7 | 99,4 | 98,1 | 97,9 | 97,8 |
| Indice d'égouttage (mL) | 93 | 135 | 152 | 148 | 136 | 144 |
| Temps de drainage (sec.) | 12,73 | 10,05 | 8,55 | 9,50 | 9,26 | 9,86 |
| Écart-type | 0,20 | 0,16 | 0,26 | 0,51 | 0,47 | 0,27 |
| Indice de rétention de l'eau (%) | 360,2 | 270,8 | 257,3 | 255,1 | 249,2 | 247,2 |
| Facteur S (mL) | 608 | 603 | 620 | 624 | 620 | 606 |
| Contenu sulfonique (mmol/kg) | 65,0 | 49,0 | 48,8 | 34,9 | 43,2 | 43,8 |
| Contenu carboxylique (mmol/kg) | 122,3 | 127,0 | 113,5 | 116,5 | 116,7 | 115,6 |
| Contenu ionique total (mmol/kg) | 187,3 | 176,0 | 162,3 | 151,4 | 159,9 | 159,4 |
| Cellulose I ordonnée | 0,173 | 0,254 | | 0,200 | | 0,227 |
| Cellulose I désordonnée | 0,046 | 0,011 | | 0,042 | | 0,025 |
| Cellulose II ordonnée | 0,142 | 0,216 | | 0,125 | | 0,223 |
| Cellulose II désordonnée | 0,638 | 0,519 | | 0,634 | | 0,526 |

TABLEAU A.14 Les propriétés physico-chimiques et le rendement de la pâte chimicomécanique recyclée.

| Nombre de recyclages (190°C/1 min.) | PCM 0 | PCM 1 | PCM 2 | PCM 3 | PCM 4 | PCM 5 |
|--|--------|-------|-------|-------|-------|-------|
| pH | - | 5,62 | 6,03 | 6,02 | 5,85 | 5,95 |
| Rendement (%) | - | 99,5 | 98,8 | 98,6 | 98,0 | 96,8 |
| Indice d'égouttage (mL) | 91 | 124 | 137 | 125 | 132 | 126 |
| Temps de drainage (sec.) | 11,25 | 10,25 | 8,59 | 8,47 | 8,50 | 8,75 |
| Écart-type | 0,26 | 0,08 | 0,17 | 0,15 | 0,15 | 0,15 |
| Indice de rétention de l'eau (%) | 361,4 | 234,5 | 243,2 | 256,1 | 247,1 | 271,9 |
| Facteur S (mL) | 610 | 614 | 641 | 640 | 640 | 637 |
| Contenu sulfonique (mmol/kg) | 45,5 | 44,1 | 33,4 | 19,8 | 35,3 | 34,2 |
| Contenu carboxylique (mmol/kg) | 139,3 | 124,7 | 119,8 | 118,5 | 121,6 | 140,1 |
| Contenu ionique total (mmol/kg) | 184,8 | 168,8 | 153,2 | 138,3 | 156,9 | 174,3 |
| Cellulose I ordonnée | 0,1825 | 0,216 | | 0,211 | | 0,234 |
| Cellulose I désordonnée | 0,057 | 0,017 | | 0,002 | | 0,000 |
| Cellulose II ordonnée | 0,151 | 0,188 | | 0,175 | | 0,142 |
| Cellulose II désordonnée | 0,610 | 0,578 | | 0,612 | | 0,623 |

TABLEAU A.15 Les propriétés physico-chimiques et le rendement de la pâte chimico-thermomécanique recyclée.

| Nombre de recyclages (190°C/1 min.) | PCTM 0 | PCTM 1 | PCTM 2 | PCTM 3 | PCTM 4 | PCTM 5 |
|--|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| pH | - | 5,88 | 5,89 | 5,84 | 5,74 | 5,90 |
| Rendement (%) | - | 98,8 | 98,4 | 98,4 | 96,7 | 96,0 |
| Indice d'égouttage (mL) | 79 | 79 | 79 | 74 | 73 | 73 |
| Temps de drainage (sec.) | 11,73 | 11,27 | 10,28 | 10,70 | 11,08 | 11,32 |
| Écart-type | 0,16 | 0,75 | 0,19 | 0,20 | 0,23 | 0,25 |
| Indice de rétention de l'eau (%) | 287,4 | 224,9 | 240,7 | 227,6 | 242,6 | 233,1 |
| Facteur S (mL) | 666 | 657 | 658 | 659 | 652 | 661 |
| Contenu sulfonique (mmol/kg) | 48,0 | 28,9 | 24,7 | 20,7 | 26,6 | 18,0 |
| Contenu carboxylique (mmol/kg) | 109,5 | 132,0 | 125,4 | 120,8 | 122,4 | 116,2 |
| Contenu ionique total (mmol/kg) | 157,5 | 160,9 | 150,1 | 141,5 | 149,0 | 134,2 |
| Cellulose I ordonnée | 0,148 | 0,183 | | 0,200 | | 0,188 |
| Cellulose I désordonnée | 0,060 | 0,046 | | 0,031 | | 0,049 |
| Cellulose II ordonnée | 0,135 | 0,167 | | 0,199 | | 0,174 |
| Cellulose II désordonnée | 0,657 | 0,603 | | 0,570 | | 0,590 |

TABLEAU A.16 Les propriétés physico-chimiques et le rendement de la pâte kraft recyclée.

| Nombre de recyclages (190°C/1 min.) | K 0 | K 1 | K 2 | K 3 | K 4 | K 5 |
|--|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| pH | - | 5,21 | 5,51 | 5,67 | 5,77 | 5,79 |
| Rendement (%) | - | 99,1 | 99,2 | 98,4 | 98,0 | 97,2 |
| Indice d'égouttage (mL) | 565 | 643 | 644 | 628 | 624 | 611 |
| Temps de drainage (sec.) | 3,82 | 4,29 | 4,22 | 4,01 | 4,00 | 4,07 |
| Écart-type | 0,10 | 0,09 | 0,07 | 0,09 | 0,05 | 0,12 |
| Indice de rétention de l'eau (%) | 279,0 | 171,1 | 174,9 | 164,4 | 189,6 | 209,5 |
| Facteur S (mL) | 592 | 636 | 645 | 656 | 652 | 659 |
| Contenu carboxylique (mmol/kg) | 82,7 | 58,6 | 56,0 | 50,8 | 51,8 | 49,9 |
| Cellulose I ordonnée | 0,152 | 0,198 | | 0,179 | | 0,212 |
| Cellulose I désordonnée | 0,253 | 0,252 | | 0,228 | | 0,304 |
| Cellulose II ordonnée | 0,0 | 0,0 | | 0,0 | | 0,0 |
| Cellulose II désordonnée | 0,596 | 0,550 | | 0,594 | | 0,485 |

TABLEAU A.17 Les propriétés physico-chimiques et le rendement de la pâte kraft raffinée recyclée.

| Nombre de recyclages (190°C/1 min.) | KR 0 | KR 1 | KR 2 | KR 3 | KR 4 | KR 5 |
|--|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| pH | - | 4,93 | 5,35 | 5,61 | 5,71 | 5,79 |
| Rendement (%) | - | 99,2 | 98,7 | 98,4 | 97,5 | 96,7 |
| Indice d'égouttage (mL) | 393 | 493 | 500 | 494 | 463 | 462 |
| Temps de drainage (sec.) | 4,73 | 4,56 | 4,42 | 4,43 | 4,39 | 4,44 |
| Écart-type | 0,09 | 0,26 | 0,16 | 0,09 | 0,08 | 0,12 |
| Indice de rétention de l'eau (%) | 287,1 | 198,1 | 203,0 | 175,8 | 195,3 | 200,1 |
| Facteur S (mL) | 589 | 631 | 630 | 623 | 614 | 621 |
| Contenu carboxylique (mmol/kg) | 74,9 | 58,2 | 53,1 | 53,6 | 50,1 | 48,3 |
| Cellulose I ordonnée | 0,156 | 0,189 | | 0,193 | | 0,200 |
| Cellulose I désordonnée | 0,246 | 0,274 | | 0,270 | | 0,261 |
| Cellulose II ordonnée | 0,0 | 0,0 | | 0,0 | | 0,0 |
| Cellulose II désordonnée | 0,598 | 0,538 | | 0,537 | | 0,539 |

TABLEAU A.18 Les propriétés physico-chimiques et le rendement de la pâte thermomécanique recyclée.

| Nombre de recyclages (190°C/1 min.) | PTM 0 | PTM 1 | PTM 2 | PTM 3 | PTM 4 | PTM 5 |
|--|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| pH | - | 4,65 | 4,65 | 4,78 | 4,79 | 4,92 |
| Rendement (%) | - | 99,4 | 99,1 | 98,0 | 97,2 | 96,2 |
| Indice d'égouttage (mL) | 98 | 87 | 91 | 88 | 86 | 81 |
| Temps de drainage (sec.) | 14,69 | 36,00 | 35,02 | 32,77 | 35,73 | 33,00 |
| Écart-type | 0,47 | 2,96 | 2,13 | 2,44 | 5,76 | 3,89 |
| Indice de rétention de l'eau (%) | 316,5 | 265,6 | 284,2 | 241,0 | 300,7 | 271,1 |
| Facteur S (mL) | 415 | 396 | 417 | 414 | 431 | 430 |
| Contenu carboxylique (mmol/kg) | 103,6 | 107,2 | 112,5 | 109,3 | 108,1 | 107,4 |
| Cellulose I ordonnée | 0,100 | 0,131 | | 0,122 | | 0,173 |
| Cellulose I désordonnée | 0,147 | 0,123 | | 0,141 | | 0,121 |
| Cellulose II ordonnée | 0,000 | 0,030 | | 0,000 | | 0,040 |
| Cellulose II désordonnée | 0,749 | 0,711 | | 0,612 | | 0,666 |

TABLEAU A.19 La longueur des fibres de la pâte d'explosion recyclée.

| Nombre de recyclages (190°C/1 min.) | PE 0 | PE 1 | PE 2 | PE 3 | PE 4 | PE 5 |
|--|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Longueur des fibres (mm) Bauer-McNett | 0,916 | 0,923 | 0,895 | 0,895 | 0,897 | 0,926 |
| Facteur L (%) | 44,5 | 45,7 | 43,3 | 42,9 | 43,4 | 46,3 |
| M14 (%) | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,2 | 0,2 | 0,0 |
| M28 (%) | 8,2 | 7,2 | 5,8 | 5,2 | 5,4 | 6,3 |
| M48 (%) | 36,2 | 38,4 | 37,4 | 37,5 | 37,8 | 40,0 |
| M100 (%) | 31,5 | 31,7 | 33,2 | 34,5 | 33,8 | 32,6 |
| M200 (%) | 9,3 | 10,0 | 10,1 | 10,5 | 9,6 | 9,3 |
| P200 (%) | 14,7 | 12,6 | 13,4 | 12,1 | 13,2 | 11,8 |
| Longueur des fibres (mm) Kajaani FS-100 | 0,975 | 1,020 | 0,980 | 0,955 | 0,960 | 0,990 |
| Écart-type | 0,021 | 0,028 | 0,0 | 0,007 | 0,0 | 0,0 |
| D1 (mm) | 0,06 | 0,09 | 0,06 | 0,06 | 0,06 | 0,06 |
| Q1 (mm) | 0,25 | 0,31 | 0,27 | 0,24 | 0,25 | 0,26 |
| Q2 (mm) | 0,56 | 0,61 | 0,57 | 0,53 | 0,55 | 0,56 |
| Q3 (mm) | 0,84 | 0,88 | 0,84 | 0,80 | 0,82 | 0,83 |
| D9 (mm) | 1,07 | 1,11 | 1,07 | 1,04 | 1,04 | 1,07 |

TABLEAU A.20 La longueur des fibres de la pâte chimico-mécanique recyclée.

| Nombre de recyclages (190°C/1 min.) | PCM 0 | PCM 1 | PCM 2 | PCM 3 | PCM 4 | PCM 5 |
|--|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Longueur des fibres (mm) Bauer-McNett | 0,885 | 0,904 | 0,851 | 0,860 | 0,857 | 0,865 |
| Facteur L (%) | 42,7 | 44,9 | 39,8 | 39,5 | 39,5 | 41 |
| M14 (%) | 0,1 | 0,1 | 0,0 | 0,0 | 0,0 | 0,0 |
| M28 (%) | 7,2 | 6,0 | 4,7 | 4,8 | 4,7 | 4,3 |
| M48 (%) | 35,4 | 38,8 | 35,1 | 34,7 | 34,8 | 36,7 |
| M100 (%) | 30,6 | 31,1 | 33,8 | 36,0 | 35,6 | 34,5 |
| M200 (%) | 10,4 | 10,3 | 11,4 | 11,7 | 11,3 | 11,3 |
| P200 (%) | 16,3 | 13,7 | 15,0 | 12,8 | 13,6 | 13,2 |
| Longueur des fibres (mm) Kajaani FS-100 | 0,950 | 0,930 | 0,910 | 0,900 | 0,900 | 0,900 |
| Écart-type | 0,014 | 0,0 | 0,0 | 0,0 | 0,0 | 0,014 |
| D1 (mm) | 0,10 | 0,10 | 0,09 | 0,09 | 0,10 | 0,09 |
| Q1 (mm) | 0,28 | 0,27 | 0,26 | 0,26 | 0,27 | 0,27 |
| Q2 (mm) | 0,58 | 0,56 | 0,54 | 0,54 | 0,53 | 0,54 |
| Q3 (mm) | 0,84 | 0,81 | 0,79 | 0,78 | 0,78 | 0,78 |
| D9 (mm) | 0,60 | 0,59 | 0,56 | 0,56 | 0,56 | 0,57 |

TABLEAU A.21 La longueur des fibres de la pâte chimico-thermomécanique recyclée.

| Nombre de recyclages (190°C/1 min.) | PCTM 0 | PCTM 1 | PCTM 2 | PCTM 3 | PCTM 4 | PCTM 5 |
|--|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| Longueur des fibres (mm) Bauer-McNett | 0,745 | 0,753 | 0,739 | 0,729 | 0,725 | 0,734 |
| Facteur L (%) | 32,0 | 31,5 | 29,8 | 28,7 | 28,6 | 29,0 |
| M14 (%) | 0,1 | 0,0 | 0,1 | 0,0 | 0,0 | 0,1 |
| M28 (%) | 2,3 | 2,0 | 1,5 | 1,2 | 1,1 | 1,1 |
| M48 (%) | 29,6 | 29,5 | 28,2 | 27,5 | 27,5 | 27,8 |
| M100 (%) | 32,4 | 36,1 | 37,2 | 38,3 | 37,9 | 38,5 |
| M200 (%) | 13,5 | 12,1 | 13,0 | 13,3 | 13,2 | 13,4 |
| P200 (%) | 22,1 | 20,3 | 20,0 | 19,7 | 20,3 | 19,1 |
| Longueur des fibres (mm) Kajaani FS-100 | 0,845 | 0,840 | 0,835 | 0,830 | 0,830 | 0,825 |
| Écart-type | 0,007 | 0,0 | 0,02 | 0,0 | 0,0 | 0,007 |
| D1 (mm) | 0,06 | 0,05 | 0,05 | 0,06 | 0,05 | 0,06 |
| Q1 (mm) | 0,19 | 0,18 | 0,18 | 0,18 | 0,18 | 0,19 |
| Q2 (mm) | 0,41 | 0,41 | 0,39 | 0,39 | 0,40 | 0,41 |
| Q3 (mm) | 0,69 | 0,69 | 0,67 | 0,68 | 0,68 | 0,69 |
| D9 (mm) | 0,93 | 0,93 | 0,91 | 0,90 | 0,90 | 0,90 |

TABLEAU A.22 La longueur des fibres de la pâte kraft recyclée.

| Nombre de recyclages (190°C/1 min.) | K 0 | K 1 | K 2 | K 3 | K 4 | K 5 |
|--|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Longueur des fibres (mm) Bauer-McNett | 1,981 | 1,959 | 1,848 | 1,955 | 1,871 | 1,921 |
| Facteur L (%) | 78,2 | 76,9 | 73,4 | 77,9 | 75,2 | 77,1 |
| M14 (%) | 34,6 | 34,8 | 30,6 | 33,0 | 29,9 | 31,3 |
| M28 (%) | 32,3 | 30,7 | 31,7 | 33,2 | 33,9 | 34,2 |
| M48 (%) | 11,3 | 11,4 | 11,1 | 11,7 | 11,4 | 11,6 |
| M100 (%) | 13,6 | 13,5 | 12,6 | 13,4 | 12,7 | 12,9 |
| M200 (%) | 3,8 | 3,8 | 4,4 | 4,7 | 4,8 | 5,2 |
| P200 (%) | 4,4 | 5,8 | 9,6 | 4,0 | 7,3 | 4,8 |
| Longueur des fibres (mm) Kajaani FS-100 | 2,545 | 2,53 | 2,52 | 2,505 | 2,44 | 2,345 |
| Écart-type | 0,13 | 0,04 | 0,07 | 0,04 | 0,14 | 0,04 |
| D1 (mm) | 0,0 | 0,0 | 0,0 | 0,0 | 0,0 | 0,0 |
| Q1 (mm) | 0,10 | 0,13 | 0,13 | 0,12 | 0,11 | 0,12 |
| Q2 (mm) | 0,39 | 0,39 | 0,38 | 0,36 | 0,36 | 0,36 |
| Q3 (mm) | 0,80 | 0,83 | 0,84 | 0,77 | 0,75 | 0,76 |
| D9 (mm) | 1,91 | 2,04 | 2,04 | 1,89 | 1,80 | 1,87 |
| Longueur des fibres (mm) OpTest | 2,070 | 2,034 | 1,958 | 1,979 | 1,925 | 1,972 |
| Fines (%) | 3,38 | 3,64 | 3,63 | 3,71 | 4,02 | 3,77 |
| Indice de courbature | 0,060 | 0,073 | 0,081 | 0,090 | 0,089 | 0,095 |
| Indice de cassure (1/mm) | 0,18 | 0,20 | 0,185 | 0,18 | 0,20 | 0,20 |

TABLEAU A.23 La longueur des fibres de la pâte kraft raffinée recyclée.

| Nombre de recyclages (190°C/1 min.) | KR 0 | KR 1 | KR 2 | KR 3 | KR 4 | KR 5 |
|--|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Longueur des fibres (mm) Bauer-McNett | 1,849 | 1,897 | 1,914 | 1,846 | 1,903 | 1,831 |
| Facteur L (%) | 75,4 | 75,5 | 76,3 | 74,6 | 76,5 | 73,9 |
| M14 (%) | 27,2 | 31,8 | 31,8 | 27,8 | 30,2 | 28,0 |
| M28 (%) | 37,0 | 32,5 | 33,1 | 35,6 | 34,8 | 34,8 |
| M48 (%) | 11,2 | 11,2 | 11,4 | 11,2 | 11,5 | 11,1 |
| M100 (%) | 13,3 | 12,4 | 13,1 | 12,8 | 13,9 | 13,3 |
| M200 (%) | 4,5 | 4,8 | 4,8 | 4,8 | 4,6 | 4,4 |
| P200 (%) | 6,8 | 7,3 | 5,8 | 7,8 | 5,0 | 8,4 |
| Longueur des fibres (mm) Kajaani FS-100 | 2,60 | 2,59 | 2,57 | 2,615 | 2,605 | 2,615 |
| Écart-type | 0,01 | 0,07 | 0,0 | 0,02 | 0,05 | 0,04 |
| D1 (mm) | 0,0 | 0,0 | 0,0 | 0,0 | 0,0 | 0,0 |
| Q1 (mm) | 0,12 | 0,14 | 0,13 | 0,13 | 0,13 | 0,13 |
| Q2 (mm) | 0,41 | 0,41 | 0,38 | 0,37 | 0,37 | 0,38 |
| Q3 (mm) | 0,82 | 0,87 | 0,82 | 0,83 | 0,80 | 0,83 |
| D9 (mm) | 2,06 | 2,13 | 2,05 | 2,08 | 2,04 | 2,04 |
| Longueur des fibres (mm) OpTest | 2,095 | 2,028 | 1,962 | 1,974 | 1,976 | 1,934 |
| Fines (%) | 3,20 | 3,50 | 3,93 | 3,62 | 3,68 | 3,77 |
| Indice de courbature | 0,045 | 0,063 | 0,078 | 0,081 | 0,089 | 0,088 |
| Indice de cassure (1/mm) | 0,15 | 0,18 | 0,20 | 0,20 | 0,21 | 0,18 |

TABLEAU A.24 La longueur des fibres de la pâte thermomécanique recyclée.

| Nombre de recyclages (190°C/1 min.) | PTM 0 | PTM 1 | PTM 2 | PTM 3 | PTM 4 | PTM 5 |
|--|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Longueur des fibres (mm) Bauer-McNett | 1,150 | 1,225 | 1,215 | 1,203 | 1,187 | 1,218 |
| Facteur L (%) | 50,3 | 53,7 | 53,6 | 53,1 | 52,8 | 53,8 |
| M14 (%) | 8,8 | 10,1 | 9,5 | 9,3 | 8,6 | 9,6 |
| M28 (%) | 24,8 | 26,3 | 26,2 | 25,8 | 25,9 | 26,0 |
| M48 (%) | 16,7 | 17,3 | 17,9 | 18,0 | 18,3 | 18,2 |
| M100 (%) | 11,7 | 12,3 | 12,8 | 12,9 | 12,8 | 13,1 |
| M200 (%) | 6,0 | 6,4 | 6,6 | 6,6 | 5,7 | 6,3 |
| P200 (%) | 32,0 | 27,6 | 27,0 | 27,4 | 28,7 | 26,8 |
| Longueur des fibres (mm) Kajaani FS-100 | 2,245 | 2,345 | 2,16 | 2,13 | 2,17 | 2,17 |
| Écart-type | 0,02 | 0,06 | 0,0 | 0,04 | 0,03 | 0,04 |
| D1 (mm) | 0,0 | 0,0 | 0,0 | 0,0 | 0,0 | 0,0 |
| Q1 (mm) | 0,07 | 0,07 | 0,07 | 0,06 | 0,06 | 0,07 |
| Q2 (mm) | 0,31 | 0,30 | 0,32 | 0,30 | 0,30 | 0,32 |
| Q3 (mm) | 0,88 | 0,88 | 0,88 | 0,86 | 0,84 | 0,91 |
| D9 (mm) | 1,79 | 1,86 | 1,74 | 1,73 | 1,71 | 1,77 |
| Longueur des fibres (mm) OpTest | 1,513 | 1,510 | 1,536 | 1,474 | 1,495 | 1,514 |
| Fines (%) | 7,76 | 7,80 | 7,77 | 7,95 | 7,98 | 8,06 |
| Indice de courbature | 0,027 | 0,026 | 0,032 | 0,038 | 0,038 | 0,037 |
| Indice de cassure (1/mm) | 0,05 | 0,05 | 0,06 | 0,08 | 0,09 | 0,09 |

ANNEXE B

LES TABLEAUX D'ANOVA ET LES COEFFICIENTS DE RÉGRESSION

L'ANOVA et les coefficients de régression (voir les tableaux B.1 - B.24) du plan composé central sont montrés pour les valeurs codées. Les expériences utilisant le papier journal furent effectuées selon le plan composé central (Box-Wilson) pour cinq facteurs avec trois expériences au centre. Les variables sont le temps de traitement (A), la température (B), le rapport solution/papier (C), la charge de Na_2SO_3 (D) et la charge de Na_2SiO_3 (E). Les modèles furent calculés avec un seuil de confiance de 95%.

TABLEAU B.1 L'ANOVA et les coefficients de régression pour le pH de la solution ajoutée.

| Effet | Som. de carrés | DF | Moy. carré | Rapport-F | Valeur-P |
|-------------------------------------|----------------|----|--|-----------|----------|
| A: Temps | 0,0 | 1 | 0,0 | 0,0 | 1,0000 |
| B: Température | 0,0 | 1 | 0,0 | 0,0 | 1,0000 |
| C: Rapport | 0,163027 | 1 | 0,16327 | 642,03 | 0,0000 |
| D: Na ₂ SO ₃ | 0,00458029 | 1 | 0,00458029 | 18,04 | 0,0003 |
| E: Na ₂ SiO ₃ | 0,665975 | 1 | 0,665975 | 2622,76 | 0,0000 |
| AA | 0,000527754 | 1 | 0,0000527754 | 0,21 | 0,6574 |
| AB | 0,0 | 1 | 0,0 | 0,0 | 1,0000 |
| AC | 0,0 | 1 | 0,0 | 0,0 | 1,0000 |
| AD | 0,0 | 1 | 0,0 | 0,0 | 1,0000 |
| AE | 0,0 | 1 | 0,0 | 0,0 | 1,0000 |
| BB | 0,0000527754 | 1 | 0,0000527754 | 0,21 | 0,6574 |
| BC | 0,0 | 1 | 0,0 | 0,0 | 1,0000 |
| BD | 0,0 | 1 | 0,0 | 0,0 | 1,0000 |
| BE | 0,0 | 1 | 0,0 | 0,0 | 1,0000 |
| CC | 0,00182195 | 1 | 0,00182195 | 7,18 | 0,0131 |
| CD | 0,0072 | 1 | 0,0072 | 28,36 | 0,0000 |
| CE | 0,0018 | 1 | 0,0018 | 7,09 | 0,0136 |
| DD | 0,00137897 | 1 | 0,00137897 | 5,43 | 0,0285 |
| DE | 0,0162 | 1 | 0,0162 | 63,80 | 0,0000 |
| EE | 0,0103252 | 1 | 0,0103252 | 40,66 | 0,0000 |
| Erreur total | 0,00609413 | 24 | 0,000253922 | | |
| Total (cor.) | 0,88668 | 44 | | | |
| R ² = 99,3127% | | | R ² (adj. pour d.f.) = 98,74% | | |
| Coefficients de régression | | | | | |
| Intercepte | = 10,3749 | | | | |
| A: Temps | = 0,0 | | | | |
| B: Température | = 0,0 | | | | |
| C: Rapport | = -0,0613503 | | | | |
| D: Na ₂ SO ₃ | = -0,0102833 | | | | |
| E: Na ₂ SiO ₃ | = 0,123999 | | | | |
| AA | = -0,00115699 | | | | |
| AB | = 0,0 | | | | |
| AC | = 0,0 | | | | |
| AD | = 0,0 | | | | |
| AE | = 0,0 | | | | |
| BB | = -0,00115699 | | | | |
| BC | = 0,0 | | | | |
| BD | = 0,0 | | | | |
| BE | = 0,0 | | | | |
| CC | = 0,00679799 | | | | |
| CD | = 0,015 | | | | |
| CE | = 0,0075 | | | | |
| DD | = 0,00591411 | | | | |
| DE | = -0,0225 | | | | |
| EE | = -0,0161831 | | | | |

TABLEAU B.2 L'ANOVA et les coefficients de régression pour le pH après la cuisson.

| Effet | Som. de carrés | DF | Moy. carré | Rapport-F | Valeur-P |
|-------------------------------------|----------------|----|--|-----------|----------|
| A: Temps | 0,773854 | 1 | 0,773845 | 14,09 | 0,0010 |
| B: Température | 0,31741 | 1 | 0,31741 | 5,78 | 0,0243 |
| C: Rapport | 0,886631 | 1 | 0,886631 | 16,15 | 0,0005 |
| D: Na ₂ SO ₃ | 1,95035 | 1 | 1,95035 | 35,52 | 0,0000 |
| E: Na ₂ SiO ₃ | 2,09397 | 1 | 2,09397 | 38,14 | 0,0000 |
| AA | 0,193197 | 1 | 0,193197 | 3,52 | 0,0729 |
| AB | 0,00632813 | 1 | 0,00632813 | 0,12 | 0,7408 |
| AC | 0,0331513 | 1 | 0,0331531 | 0,60 | 0,4529 |
| AD | 0,0731531 | 1 | 0,0731531 | 1,33 | 0,2598 |
| AE | 0,0957031 | 1 | 0,0957031 | 1,74 | 0,1992 |
| BB | 0,309235 | 1 | 0,309235 | 5,63 | 0,0260 |
| BC | 0,181503 | 1 | 0,181503 | 3,31 | 0,0815 |
| BD | 0,133903 | 1 | 0,133903 | 2,44 | 0,1315 |
| BE | 0,0185281 | 1 | 0,0185281 | 0,34 | 0,5729 |
| CC | 0,360586 | 1 | 0,360586 | 6,57 | 0,0171 |
| CD | 0,596778 | 1 | 0,596778 | 10,87 | 0,0030 |
| CE | 0,00475313 | 1 | 0,00475313 | 0,09 | 0,7742 |
| DD | 0,331877 | 1 | 0,331877 | 6,04 | 0,0215 |
| DE | 0,0148781 | 1 | 0,0148781 | 0,27 | 0,6130 |
| EE | 0,083923 | 1 | 0,083923 | 1,53 | 0,2283 |
| Erreur total | 1,31774 | 24 | 0,0549059 | | |
| Total (cor.) | 10,1529 | 44 | | | |
| R ² = 87,0211% | | | R ² (adj. pour d.f.) = 76,2053% | | |
| | | | | | |
| Coefficients de régression | | | | | |
| Intercepte | = 7,06723 | | | | |
| A: Temps | = -0,133664 | | | | |
| B: Température | = -0,0856047 | | | | |
| C: Rapport | = 0,143073 | | | | |
| D: Na ₂ SO ₃ | = 0,212199 | | | | |
| E: Na ₂ SiO ₃ | = 0,219874 | | | | |
| AA | = 0,0700023 | | | | |
| AB | = -0,0140625 | | | | |
| AC | = 0,0321875 | | | | |
| AD | = 0,0478125 | | | | |
| AE | = 0,0546875 | | | | |
| BB | = 0,0885639 | | | | |
| BC | = 0,0753125 | | | | |
| BD | = 0,0646875 | | | | |
| BE | = 0,0240625 | | | | |
| CC | = 0,095635 | | | | |
| CD | = -0,136536 | | | | |
| CE | = -0,0121875 | | | | |
| DD | = -0,091749 | | | | |
| DE | = -0,0215625 | | | | |
| EE | = 0,0461374 | | | | |

TABLEAU B.3 L'ANOVA et les coefficients de régression pour le rendement après la cuisson.

| Effet | Som. de carrés | DF | Moy. carré | Rapport-F | Valeur-P |
|-------------------------------------|----------------|----|---|-----------|----------|
| A: Temps | 2,50831 | 1 | 2,50831 | 2,05 | 0,1653 |
| B: Température | 5,95521 | 1 | 5,95521 | 4,86 | 0,0373 |
| C: Rapport | 3,60899 | 1 | 3,60899 | 2,95 | 0,0989 |
| D: Na ₂ SO ₃ | 0,411161 | 1 | 0,411161 | 0,34 | 0,5738 |
| E: Na ₂ SiO ₃ | 0,691962 | 1 | 0,691962 | 0,57 | 0,4675 |
| AA | 0,311038 | 1 | 0,311038 | 0,25 | 0,6242 |
| AB | 1,42805 | 1 | 1,42805 | 1,17 | 0,2909 |
| AC | 3,9762 | 1 | 3,9762 | 3,25 | 0,0841 |
| AD | 1,47061 | 1 | 1,47061 | 1,20 | 0,2840 |
| AE | 0,1352 | 1 | 0,1352 | 0,11 | 0,7461 |
| BB | 0,225112 | 1 | 0,225112 | 0,18 | 0,6765 |
| BC | 1,75781 | 1 | 1,75781 | 1,44 | 0,2426 |
| BD | 1,2482 | 1 | 1,2482 | 1,02 | 0,3228 |
| BE | 2,89201 | 1 | 2,89201 | 2,36 | 0,1375 |
| CC | 8,37711 | 1 | 8,37711 | 6,84 | 0,0152 |
| CD | 0,51005 | 1 | 0,51005 | 0,42 | 0,5317 |
| CE | 1,89151 | 1 | 1,89151 | 1,54 | 0,2260 |
| DD | 1,7814 | 1 | 1,7814 | 1,45 | 0,2396 |
| DE | 2,0402 | 1 | 2,0402 | 1,67 | 0,2091 |
| EE | 0,725652 | 1 | 0,725652 | 0,59 | 0,4571 |
| Erreur total | 29,3929 | 24 | 1,2247 | | |
| Total (cor.) | 78,4312 | 44 | | | |
| R ² = 62,524% | | | R ² (adj. pour d.f.) = 31,294% | | |
| | | | | | |
| Coefficients de régression | | | | | |
| Intercepte | = 96,1012 | | | | |
| A: Temps | = -0,240645 | | | | |
| B: Température | = -0,370797 | | | | |
| C: Rapport | = 0,288656 | | | | |
| D: Na ₂ SO ₃ | = 0,0974302 | | | | |
| E: Na ₂ SiO ₃ | = 0,126395 | | | | |
| AA | = 0,0888217 | | | | |
| AB | = -0,21125 | | | | |
| AC | = -0,3525 | | | | |
| AD | = -0,214375 | | | | |
| AE | = 0,065 | | | | |
| BB | = 0,0755634 | | | | |
| BC | = 0,234375 | | | | |
| BD | = -0,1975 | | | | |
| BE | = 0,300625 | | | | |
| CC | = -0,460956 | | | | |
| CD | = -0,12625 | | | | |
| CE | = 0,243125 | | | | |
| DD | = 0,212566 | | | | |
| DE | = 0,2525 | | | | |
| EE | = 0,135668 | | | | |

TABLEAU B.4 L'ANOVA et les coefficients de régression pour la perte pendant le lavage.

| Effet | Som. de carrés | DF | Moy. carré | Rapport-F | Valeur-P |
|-------------------------------------|----------------|----|--|-----------|----------|
| A: Temps | 0,0438664 | 1 | 0,0438664 | 0,17 | 0,6917 |
| B: Température | 0,931342 | 1 | 0,931342 | 3,52 | 0,0727 |
| C: Rapport | 0,229283 | 1 | 0,229283 | 0,87 | 0,3708 |
| D: Na ₂ SO ₃ | 0,477108 | 1 | 0,477108 | 1,81 | 0,1917 |
| E: Na ₂ SiO ₃ | 0,838656 | 1 | 0,838656 | 3,17 | 0,0875 |
| AA | 0,134294 | 1 | 0,134294 | 0,51 | 0,4904 |
| AB | 0,28125 | 1 | 0,28125 | 1,06 | 0,3126 |
| AC | 0,21125 | 1 | 0,21125 | 0,80 | 0,3897 |
| AD | 0,03125 | 1 | 0,03125 | 0,12 | 0,7376 |
| AE | 0,06125 | 1 | 0,06125 | 0,23 | 0,6397 |
| BB | 0,00112008 | 1 | 0,00112008 | 0,00 | 0,9493 |
| BC | 0,01125 | 1 | 0,01125 | 0,04 | 0,8405 |
| BD | 0,45125 | 1 | 0,45125 | 1,71 | 0,2037 |
| BE | 0,21125 | 1 | 0,21125 | 0,80 | 0,3897 |
| CC | 0,227967 | 1 | 0,227967 | 0,86 | 0,3721 |
| CD | 1,53125 | 1 | 1,53125 | 5,79 | 0,0241 |
| CE | 0,36125 | 1 | 0,36125 | 1,37 | 0,2539 |
| DD | 0,00112008 | 1 | 0,00112008 | 0,00 | 0,9493 |
| DE | 1,53125 | 1 | 1,53125 | 5,79 | 0,0241 |
| EE | 0,0897157 | 1 | 0,0897157 | 0,34 | 0,5718 |
| Erreur total | 6,34377 | 24 | 0,264324 | | |
| Total (cor.) | 14,192 | 44 | | | |
| R ² = 55,3004% | | | R ² (adj. pour d.f.) = 18,0507% | | |
| | | | | | |
| Coefficients de régression | | | | | |
| Intercepte | = 14,8137 | | | | |
| A: Temps | = -0,0318239 | | | | |
| B: Température | = 0,146636 | | | | |
| C: Rapport | = 0,0727568 | | | | |
| D: Na ₂ SO ₃ | = 0,104953 | | | | |
| E: Na ₂ SiO ₃ | = 0,139149 | | | | |
| AA | = -0,0583633 | | | | |
| AB | = 0,09375 | | | | |
| AC | = -0,08125 | | | | |
| AD | = 0,03125 | | | | |
| AE | = 0,04375 | | | | |
| BB | = -0,00533011 | | | | |
| BC | = -0,01875 | | | | |
| BD | = 0,11875 | | | | |
| BE | = 0,08125 | | | | |
| CC | = -0,076041 | | | | |
| CD | = 0,21875 | | | | |
| CE | = 0,10625 | | | | |
| DD | = -0,00533011 | | | | |
| DE | = 0,21875 | | | | |
| EE | = 0,0477031 | | | | |

TABLEAU B.5 L'ANOVA et les coefficients de régression pour la blancheur des matelas fibreux.

| Effet | Som. de carrés | DF | Moy. carré | Rapport-F | Valeur-P |
|-------------------------------------|----------------|----|--|-----------|----------|
| A: Temps | 0,00066695 | 1 | 0,00066695 | 0,00 | 0,9861 |
| B: Température | 5,37763 | 1 | 5,37763 | 2,55 | 0,1232 |
| C: Rapport | 0,466232 | 1 | 0,466232 | 0,22 | 0,6473 |
| D: Na ₂ SO ₃ | 0,52034 | 1 | 0,52034 | 0,25 | 0,6290 |
| E: Na ₂ SiO ₃ | 0,481835 | 1 | 0,481835 | 0,23 | 0,6419 |
| AA | 5,43278 | 1 | 5,43278 | 2,58 | 0,1214 |
| AB | 0,699153 | 1 | 0,699153 | 0,33 | 0,5761 |
| AC | 0,0258781 | 1 | 0,0258781 | 0,01 | 0,9139 |
| AD | 0,0270281 | 1 | 0,0270281 | 0,01 | 0,9120 |
| AE | 5,43675 | 1 | 5,43675 | 2,58 | 0,1213 |
| BB | 2,01825 | 1 | 2,01825 | 0,96 | 0,3479 |
| BC | 4,76633 | 1 | 4,76633 | 2,26 | 0,1456 |
| BD | 4,58288 | 1 | 4,58288 | 2,17 | 0,1533 |
| BE | 0,596778 | 1 | 0,596778 | 0,28 | 0,6051 |
| CC | 8,29597 | 1 | 8,29597 | 3,94 | 0,0588 |
| CD | 3,78813 | 1 | 3,78813 | 1,80 | 0,1925 |
| CE | 0,425503 | 1 | 0,425503 | 0,20 | 0,6620 |
| DD | 10,1475 | 1 | 10,1475 | 4,82 | 0,0381 |
| DE | 0,00137813 | 1 | 0,00137813 | 0,00 | 0,9801 |
| EE | 0,187499 | 1 | 0,187499 | 0,09 | 0,7712 |
| Erreur total | 50,5731 | 24 | 2,10721 | | |
| Total (cor.) | 98,463 | 44 | | | |
| R ² = 48,6375% | | | R ² (adj. pour d.f.) = 5,83543% | | |
| | | | | | |
| Coefficients de régression | | | | | |
| Intercepte | = 47,411 | | | | |
| A: Temps | = -0,00392405 | | | | |
| B: Température | = -0,352357 | | | | |
| C: Rapport | = 0,10375 | | | | |
| D: Na ₂ SO ₃ | = 0,109605 | | | | |
| E: Na ₂ SiO ₃ | = 0,105472 | | | | |
| AA | = -0,371213 | | | | |
| AB | = -0,147813 | | | | |
| AC | = 0,0284375 | | | | |
| AD | = 0,0290625 | | | | |
| AE | = 0,412187 | | | | |
| BB | = -0,226256 | | | | |
| BC | = 0,385937 | | | | |
| BD | = -0,378438 | | | | |
| BE | = -0,136563 | | | | |
| CC | = -0,458718 | | | | |
| CD | = 0,344062 | | | | |
| CE | = -0,115313 | | | | |
| DD | = -0,507332 | | | | |
| DE | = 0,0065625 | | | | |
| EE | = 0,0689623 | | | | |

TABLEAU B.6 L'ANOVA et les coefficients de régression pour le gain de la blancheur lors du lavage.

| Effet | Som. de carrés | DF | Moy. carré | Rapport-F | Valeur-P |
|-------------------------------------|----------------|----|--|-----------|----------|
| A: Temps | 16,641 | 1 | 16,641 | 5,06 | 0,0340 |
| B: Température | 14,4195 | 1 | 14,4195 | 4,38 | 0,0471 |
| C: Rapport | 27,2082 | 1 | 27,2082 | 8,27 | 0,0083 |
| D: Na ₂ SO ₃ | 2,56785 | 1 | 2,56785 | 0,78 | 0,3951 |
| E: Na ₂ SiO ₃ | 4,07677 | 1 | 4,07677 | 1,24 | 0,2767 |
| AA | 9,70748 | 1 | 9,70748 | 2,95 | 0,0987 |
| AB | 0,477753 | 1 | 0,477753 | 0,15 | 0,7106 |
| AC | 2,38165 | 1 | 2,38165 | 0,72 | 0,4123 |
| AD | 0,178503 | 1 | 0,178503 | 0,05 | 0,8203 |
| AE | 8,4769 | 1 | 8,4769 | 2,58 | 0,1216 |
| BB | 4,00062 | 1 | 4,00062 | 1,22 | 0,2811 |
| BC | 0,0385031 | 1 | 0,038501 | 0,01 | 0,9159 |
| BD | 1,98503 | 1 | 1,98503 | 0,60 | 0,4531 |
| BE | 2,5144 | 1 | 2,5144 | 0,76 | 0,3999 |
| CC | 0,204065 | 1 | 0,204065 | 0,06 | 0,8081 |
| CD | 10,2491 | 1 | 10,2491 | 3,11 | 0,0903 |
| CE | 0,790653 | 1 | 0,790653 | 0,24 | 0,6336 |
| DD | 0,523714 | 1 | 0,523714 | 0,16 | 0,6977 |
| DE | 8,1507 | 1 | 8,1507 | 2,48 | 0,1286 |
| EE | 0,0663011 | 1 | 0,0663011 | 0,02 | 0,8898 |
| Erreur total | 78,9711 | 24 | 3,29046 | | |
| Total (cor.) | 192,128 | 44 | | | |
| R ² = 58,8966% | | | R ² (adj. pour d.f.) = 24,6438% | | |
| Coefficients de régression | | | | | |
| Intercepte | = 5,60834 | | | | |
| A: Temps | = -0,619837 | | | | |
| B: Température | = -0,576981 | | | | |
| C: Rapport | = 0,792569 | | | | |
| D: Na ₂ SO ₃ | = 0,243485 | | | | |
| E: Na ₂ SiO ₃ | = -0,306793 | | | | |
| AA | = 0,49621 | | | | |
| AB | = -0,122187 | | | | |
| AC | = 0,272812 | | | | |
| AD | = -0,0746875 | | | | |
| AE | = -0,514687 | | | | |
| BB | = 0,318549 | | | | |
| BC | = -0,0346875 | | | | |
| BD | = 0,249062 | | | | |
| BE | = 0,280312 | | | | |
| CC | = 0,0719444 | | | | |
| CD | = -0,565938 | | | | |
| CE | = -0,157188 | | | | |
| DD | = 0,115255 | | | | |
| DE | = -0,504688 | | | | |
| EE | = 0,0410084 | | | | |

TABLEAU B.7 L'ANOVA et les coefficients de régression pour la blancheur des feuilles de 3 g.

| Effet | Som. de carrés | DF | Moy. carré | Rapport-F | Valeur-P |
|-------------------------------------|----------------|-----------|--|-----------|----------|
| A: Temps | 16,8524 | 1 | 16,8524 | 14,91 | 0,0007 |
| B: Température | 37,4087 | 1 | 37,4087 | 33,10 | 0,0000 |
| C: Rapport | 34,7977 | 1 | 34,7977 | 30,79 | 0,0000 |
| D: Na ₂ SO ₃ | 5,40003 | 1 | 5,40003 | 4,78 | 0,0388 |
| E: Na ₂ SiO ₃ | 1,75551 | 1 | 1,75551 | 1,55 | 0,2247 |
| AA | 0,615989 | 1 | 0,615989 | 0,55 | 0,4753 |
| AB | 2,3328 | 1 | 2,3328 | 2,06 | 0,1637 |
| AC | 2,90405 | 1 | 2,90405 | 2,57 | 0,1220 |
| AD | 0,0666125 | 1 | 0,0666125 | 0,06 | 0,8128 |
| AE | 0,3362 | 1 | 0,3362 | 0,30 | 0,5963 |
| BB | 0,335825 | 1 | 0,335825 | 0,30 | 0,5965 |
| BC | 3,94805 | 1 | 3,94805 | 3,49 | 0,0739 |
| BD | 0,535613 | 1 | 0,535613 | 0,47 | 0,5051 |
| BE | 0,66125 | 1 | 0,66125 | 0,59 | 0,4599 |
| CC | 5,89779 | 1 | 5,89779 | 5,22 | 0,0315 |
| CD | 1,57531 | 1 | 1,57531 | 1,39 | 0,2493 |
| CE | 2,3762 | 1 | 2,3762 | 2,10 | 0,1600 |
| DD | 6,06063 | 1 | 6,06063 | 5,36 | 0,0294 |
| DE | 7,94011 | 1 | 7,94011 | 7,03 | 0,0140 |
| EE | 0,476793 | 1 | 0,476793 | 0,42 | 0,5290 |
| Erreur total | 27,1215 | 24 | 1,13006 | | |
| Total (cor.) | 165,767 | 44 | | | |
| R ² = 83,6388% | | | R ² (adj. pour d.f.) = 70,0045% | | |
| | | | | | |
| Coefficients de régression | | | | | |
| Intercepte | = | 53,0193 | | | |
| A: Temps | = | -0,623761 | | | |
| B: Température | = | -0,929338 | | | |
| C: Rapport | = | 0,896319 | | | |
| D: Na ₂ SO ₃ | = | 0,35309 | | | |
| E: Na ₂ SiO ₃ | = | -0,201321 | | | |
| AA | = | 0,124997 | | | |
| AB | = | -0,27 | | | |
| AC | = | 0,30125 | | | |
| AD | = | -0,045625 | | | |
| AE | = | -0,1025 | | | |
| BB | = | 0,092293 | | | |
| BC | = | 0,35125 | | | |
| BD | = | -0,129375 | | | |
| BE | = | 0,14375 | | | |
| CC | = | -0,386774 | | | |
| CD | = | -0,221875 | | | |
| CE | = | -0,2725 | | | |
| DD | = | -0,392077 | | | |
| DE | = | -0,498125 | | | |
| EE | = | 0,109971 | | | |

TABLEAU B.8 L'ANOVA et les coefficients de régression pour le coefficient L*.

| Effet | Som. de carrés | DF | Moy. carré | Rapport-F | Valeur-P |
|-------------------------------------|----------------|----|--|-----------|----------|
| A: Temps | 0,0000293757 | 1 | 0,0000293757 | 0,00 | 0,9897 |
| B: Température | 0,0854937 | 1 | 0,0854937 | 0,51 | 0,4916 |
| C: Rapport | 0,156076 | 1 | 0,156076 | 0,92 | 0,3666 |
| D: Na ₂ SO ₃ | 10,447 | 1 | 10,447 | 61,74 | 0,0000 |
| E: Na ₂ SiO ₃ | 0,320984 | 1 | 0,320984 | 0,90 | 0,1811 |
| AA | 0,0422845 | 1 | 0,0422845 | 0,25 | 0,6270 |
| AB | 0,112812 | 1 | 0,112812 | 0,67 | 0,4309 |
| AC | 0,165313 | 1 | 0,165313 | 0,98 | 0,3433 |
| AD | 0,34445 | 1 | 0,34445 | 2,04 | 0,1665 |
| AE | 0,0003125 | 1 | 0,0003125 | 0,00 | 0,9665 |
| BB | 0,0036921 | 1 | 0,0036921 | 0,02 | 0,8854 |
| BC | 0,0780125 | 1 | 0,0780125 | 0,46 | 0,5108 |
| BD | 0,4418 | 1 | 0,4418 | 2,61 | 0,1192 |
| BE | 0,0378125 | 1 | 0,0378125 | 0,22 | 0,6457 |
| CC | 1,25746 | 1 | 1,25746 | 7,43 | 0,0118 |
| CD | 1,23245 | 1 | 1,23245 | 7,28 | 0,0125 |
| CE | 0,667012 | 1 | 0,667012 | 3,94 | 0,0586 |
| DD | 1,15985 | 1 | 1,15985 | 6,85 | 0,0151 |
| DE | 0,15125 | 1 | 0,15125 | 0,89 | 0,3639 |
| EE | 0,0024664 | 1 | 0,0024664 | 0,01 | 0,9062 |
| Erreur total | 4,06134 | 24 | 4,06134 | | |
| Total (cor.) | 21,0118 | 44 | 0,169222 | | |
| R ² = 80,6712% | | | R ² (adj. pour d.f.) = 64,5639% | | |
| | | | | | |
| Coefficients de régression | | | | | |
| Intercepte | = 80,9451 | | | | |
| A: Temps | = -0,000823534 | | | | |
| B: Température | = -0,0444278 | | | | |
| C: Rapport | = 0,0600283 | | | | |
| D: Na ₂ SO ₃ | = 0,491114 | | | | |
| E: Na ₂ SiO ₃ | = 0,0860853 | | | | |
| AA | = -0,0327494 | | | | |
| AB | = -0,059375 | | | | |
| AC | = 0,071875 | | | | |
| AD | = 0,10375 | | | | |
| AE | = 0,003125 | | | | |
| BB | = 0,00967718 | | | | |
| BC | = 0,049375 | | | | |
| BD | = 0,1175 | | | | |
| BE | = 0,034375 | | | | |
| CC | = -0,178591 | | | | |
| CD | = -0,19625 | | | | |
| CE | = -0,144375 | | | | |
| DD | = -0,17152 | | | | |
| DE | = -0,06875 | | | | |
| EE | = 0,0079094 | | | | |

TABLEAU B.9 L'ANOVA et les coefficients de régression pour le coefficient a*.

| Effet | Som. de carrés | DF | Moy. carré | Rapport-F | Valeur-P |
|-------------------------------------|----------------|----|--|-----------|----------|
| A: Temps | 0,0347305 | 1 | 0,0347305 | 1,02 | 0,3218 |
| B: Température | 0,17982 | 1 | 0,17982 | 5,30 | 0,0303 |
| C: Rapport | 0,00283262 | 1 | 0,00283262 | 0,08 | 0,7782 |
| D: Na ₂ SO ₃ | 0,124904 | 1 | 0,124904 | 3,68 | 0,0670 |
| E: Na ₂ SiO ₃ | 0,271578 | 1 | 0,271578 | 8,00 | 0,0093 |
| AA | 0,168841 | 1 | 0,168841 | 4,97 | 0,0353 |
| AB | 0,0036125 | 1 | 0,0036125 | 0,11 | 0,7505 |
| AC | 0,005 | 1 | 0,005 | 0,15 | 0,7085 |
| AD | 0,0001125 | 1 | 0,0001125 | 0,00 | 0,9552 |
| AE | 0,0066125 | 1 | 0,0066125 | 0,19 | 0,6675 |
| BB | 0,197315 | 1 | 0,197315 | 5,81 | 0,0239 |
| BC | 0,0578 | 1 | 0,0578 | 1,70 | 0,2043 |
| BD | 0,0820125 | 1 | 0,0820125 | 2,42 | 0,1332 |
| BE | 0,0003125 | 1 | 0,0003125 | 0,01 | 0,9254 |
| CC | 0,0356857 | 1 | 0,0356857 | 1,05 | 0,3154 |
| CD | 0,0242 | 1 | 0,0242 | 0,71 | 0,4157 |
| CE | 0,0512 | 1 | 0,0512 | 1,51 | 0,2313 |
| DD | 0,0356857 | 1 | 0,0356857 | 1,05 | 0,3154 |
| DE | 0,0561125 | 1 | 0,0561125 | 1,65 | 0,2108 |
| EE | 0,103751 | 1 | 0,103751 | 3,06 | 0,0932 |
| Erreur total | 0,814531 | 24 | 0,0339388 | | |
| Total (cor.) | 1,99968 | 44 | | | |
| R ² = 59,2669% | | | R ² (adj. pour d.f.) = 25,3227% | | |
| | | | | | |
| Coefficients de régression | | | | | |
| Intercepte | = -0,489042 | | | | |
| A: Temps | = -0,0283167 | | | | |
| B: Température | = -0,0644327 | | | | |
| C: Rapport | = -0,00808689 | | | | |
| D: Na ₂ SO ₃ | = -0,0537002 | | | | |
| E: Na ₂ SiO ₃ | = -0,0791835 | | | | |
| AA | = 0,0654411 | | | | |
| AB | = 0,010625 | | | | |
| AC | = -0,0125 | | | | |
| AD | = -0,001875 | | | | |
| AE | = 0,014375 | | | | |
| BB | = 0,0707444 | | | | |
| BC | = -0,0425 | | | | |
| BD | = -0,050625 | | | | |
| BE | = -0,003125 | | | | |
| CC | = 0,0300857 | | | | |
| CD | = -0,0275 | | | | |
| CE | = -0,04 | | | | |
| DD | = 0,0300857 | | | | |
| DE | = 0,041875 | | | | |
| EE | = 0,0512989 | | | | |

TABLEAU B.10 L'ANOVA et les coefficients de régression pour le coefficient b*.

| Effet | Som. de carrés | DF | Moy. carré | Rapport-F | Valeur-P |
|-------------------------------------|----------------|----|--|-----------|----------|
| A: Temps | 18,1944 | 1 | 18,1944 | 32,21 | 0,0000 |
| B: Température | 38,618 | 1 | 38,618 | 68,36 | 0,0000 |
| C: Rapport | 30,6892 | 1 | 30,6892 | 54,33 | 0,0000 |
| D: Na ₂ SO ₃ | 10,4304 | 1 | 10,4304 | 18,46 | 0,0002 |
| E: Na ₂ SiO ₃ | 5,43666 | 1 | 5,43666 | 9,62 | 0,0049 |
| AA | 1,26365 | 1 | 1,26365 | 2,24 | 0,1478 |
| AB | 1,125 | 1 | 1,125 | 1,99 | 0,1710 |
| AC | 1,19351 | 1 | 1,19351 | 2,11 | 0,1590 |
| AD | 1,60205 | 1 | 1,60205 | 2,84 | 0,1051 |
| AE | 0,427812 | 1 | 0,427812 | 0,76 | 0,4020 |
| BB | 1,0719 | 1 | 1,0719 | 1,90 | 0,1811 |
| BC | 2,63351 | 1 | 2,63351 | 4,66 | 0,0411 |
| BD | 3,51125 | 1 | 3,51125 | 6,22 | 0,0200 |
| BE | 0,208013 | 1 | 0,208013 | 0,37 | 0,5561 |
| CC | 0,432162 | 1 | 0,432162 | 0,77 | 0,3997 |
| CD | 0,340312 | 1 | 0,340312 | 0,60 | 0,4534 |
| CE | 0,0098 | 1 | 0,0098 | 0,02 | 0,8977 |
| DD | 0,61685 | 1 | 0,61685 | 1,09 | 0,3067 |
| DE | 4,97701 | 1 | 4,97701 | 8,81 | 0,0067 |
| EE | 0,317628 | 1 | 0,317628 | 0,56 | 0,4686 |
| Erreur total | 13,5577 | 24 | 0,564906 | | |
| Total (cor.) | 138,56 | 44 | | | |
| R ² = 90,2153% | | | R ² (adj. pour d.f.) = 82,0614% | | |
| | | | | | |
| Coefficients de régression | | | | | |
| Intercepte | = 5,99898 | | | | |
| A: Temps | = 0,648122 | | | | |
| B: Température | = 0,94424 | | | | |
| C: Rapport | = -0,841744 | | | | |
| D: Na ₂ SO ₃ | = 0,490726 | | | | |
| E: Na ₂ SiO ₃ | = 0,354286 | | | | |
| AA | = -0,17903 | | | | |
| AB | = 0,1875 | | | | |
| AC | = -0,193125 | | | | |
| AD | = 0,22375 | | | | |
| AE | = 0,115625 | | | | |
| BB | = -0,164888 | | | | |
| BC | = -0,286875 | | | | |
| BD | = 0,33125 | | | | |
| BE | = -0,080625 | | | | |
| CC | = 0,104697 | | | | |
| CD | = -0,103125 | | | | |
| CE | = 0,0175 | | | | |
| DD | = 0,125027 | | | | |
| DE | = 0,394375 | | | | |
| EE | = -0,0897577 | | | | |

TABLEAU B.11 L'ANOVA et les coefficients de régression pour l'opacité ISO.

| Effet | Som. de carrés | DF | Moy. carré | Rapport-F | Valeur-P |
|-------------------------------------|----------------|----|--|-----------|----------|
| A: Temps | 0,358205 | 1 | 0,358205 | 3,40 | 0,0777 |
| B: Température | 0,536019 | 1 | 0,536019 | 5,08 | 0,0336 |
| C: Rapport | 0,671479 | 1 | 0,671479 | 6,37 | 0,0187 |
| D: Na ₂ SO ₃ | 14,5047 | 1 | 14,5047 | 137,54 | 0,0000 |
| E: Na ₂ SiO ₃ | 0,916184 | 1 | 0,916184 | 8,69 | 0,0070 |
| AA | 0,0892687 | 1 | 0,0892687 | 0,85 | 0,3764 |
| AB | 0,0210125 | 1 | 0,0210125 | 0,20 | 0,664 |
| AC | 0,00405 | 1 | 0,00405 | 0,04 | 0,8484 |
| AD | 0,446513 | 1 | 0,446513 | 4,23 | 0,0506 |
| AE | 0,0276125 | 1 | 0,0276125 | 0,26 | 0,6190 |
| BB | 0,0565155 | 1 | 0,0565155 | 0,54 | 0,4790 |
| BC | 0,0045125 | 1 | 0,0045125 | 0,04 | 0,8401 |
| BD | 0,49005 | 1 | 0,49005 | 4,65 | 0,0414 |
| BE | 0,1922 | 1 | 0,1922 | 1,82 | 0,1896 |
| CC | 0,216481 | 1 | 0,216481 | 2,05 | 0,1648 |
| CD | 0,787513 | 1 | 0,787513 | 7,47 | 0,0116 |
| CE | 0,495013 | 1 | 0,495013 | 4,69 | 0,0404 |
| DD | 0,103027 | 1 | 0,103027 | 0,98 | 0,3433 |
| DE | 0,0018 | 1 | 0,0018 | 0,02 | 0,8985 |
| EE | 0,138948 | 1 | 0,138948 | 1,32 | 0,2623 |
| Erreur total | 2,531 | 24 | 0,105458 | | |
| Total (cor.) | 22,7469 | 44 | | | |
| R ² = 88,8732% | | | R ² (adj. pour d.f.) = 79,6009% | | |
| Coefficients de régression | | | | | |
| Intercepte | = 96,807 | | | | |
| A: Temps | = -0,0909397 | | | | |
| B: Température | = -0,111244 | | | | |
| C: Rapport | = 0,12451 | | | | |
| D: Na ₂ SO ₃ | = -0,578684 | | | | |
| E: Na ₂ SiO ₃ | = -0,145438 | | | | |
| AA | = 0,0475841 | | | | |
| AB | = -0,025625 | | | | |
| AC | = 0,01125 | | | | |
| AD | = -0,118125 | | | | |
| AE | = -0,029375 | | | | |
| BB | = 0,0378613 | | | | |
| BC | = 0,011875 | | | | |
| BD | = -0,12375 | | | | |
| BE | = -0,0775 | | | | |
| CC | = 0,0741007 | | | | |
| CD | = 0,156875 | | | | |
| CE | = 0,124375 | | | | |
| DD | = 0,0511196 | | | | |
| DE | = 0,0075 | | | | |
| EE | = -0,0593662 | | | | |

TABLEAU B.12 L'ANOVA et les coefficients de régression pour le coefficient de diffusion de la lumière.

| Effet | Som. de carrés | DF | Moy. carré | Rapport-F | Valeur-P |
|-------------------------------------|----------------|----|--|-----------|----------|
| A: Temps | 258,833 | 1 | 258,833 | 2,02 | 0,1682 |
| B: Température | 1335,96 | 1 | 1335,96 | 10,42 | 0,0036 |
| C: Rapport | 2080,95 | 1 | 2080,95 | 16,24 | 0,0005 |
| D: Na ₂ SO ₃ | 15996,9 | 1 | 15996,9 | 124,81 | 0,0000 |
| E: Na ₂ SiO ₃ | 2655,6 | 1 | 2655,6 | 20,72 | 0,0001 |
| AA | 154,859 | 1 | 154,859 | 1,21 | 0,2826 |
| AB | 41,8613 | 1 | 41,8613 | 0,33 | 0,5790 |
| AC | 1,28 | 1 | 1,28 | 0,01 | 0,9223 |
| AD | 180,5 | 1 | 180,5 | 1,41 | 0,2470 |
| AE | 22,445 | 1 | 22,445 | 0,18 | 0,6837 |
| BB | 218,306 | 1 | 218,306 | 1,70 | 0,2042 |
| BC | 224,72 | 1 | 224,72 | 1,75 | 0,1979 |
| BD | 88,445 | 1 | 88,445 | 0,69 | 0,4231 |
| BE | 153,125 | 1 | 153,125 | 1,19 | 0,2852 |
| CC | 173,336 | 1 | 173,336 | 1,35 | 0,2563 |
| CD | 270,281 | 1 | 270,281 | 2,11 | 0,1594 |
| CE | 128,801 | 1 | 128,801 | 1,00 | 0,3261 |
| DD | 132,267 | 1 | 132,267 | 1,03 | 0,3198 |
| DE | 321,311 | 1 | 321,311 | 2,51 | 0,1264 |
| EE | 10,6403 | 1 | 10,6403 | 0,08 | 0,7788 |
| Erreur total | 3076,08 | 24 | 128,17 | | |
| Total (cor.) | 27375,1 | 44 | | | |
| R ² = 88,7632% | | | R ² (adj. pour d.f.) = 79,3992% | | |
| | | | | | |
| Coefficients de régression | | | | | |
| Intercepte | = 429,911 | | | | |
| A: Temps | = -2,44454 | | | | |
| B: Température | = -5,55372 | | | | |
| C: Rapport | = 6,93136 | | | | |
| D: Na ₂ SO ₃ | = -19,2179 | | | | |
| E: Na ₂ SiO ₃ | = -7,83012 | | | | |
| AA | = 1,9819 | | | | |
| AB | = -1,14375 | | | | |
| AC | = 0,2 | | | | |
| AD | = -2,375 | | | | |
| AE | = -0,8375 | | | | |
| BB | = 2,35313 | | | | |
| BC | = 2,65 | | | | |
| BD | = -1,6625 | | | | |
| BE | = -2,1875 | | | | |
| CC | = 2,0968 | | | | |
| CD | = 2,90625 | | | | |
| CE | = 2,00625 | | | | |
| DD | = 1,83163 | | | | |
| DE | = -3,16875 | | | | |
| EE | = -0,519504 | | | | |

TABLEAU B.13 L'ANOVA et les coefficients de régression pour la concentration réelle de l'encre résiduelle (ERIC).

| Effet | Som. de carrés | DF | Moy. carré | Rapport-F | Valeur-P |
|-------------------------------------|----------------|----|--|-----------|----------|
| A: Temps | 554,475 | 1 | 554,475 | 0,75 | 0,4046 |
| B: Température | 2,43101 | 1 | 2,43101 | 0,00 | 0,9554 |
| C: Rapport | 406,25 | 1 | 406,25 | 0,55 | 0,4739 |
| D: Na ₂ SO ₃ | 4653,88 | 1 | 4653,88 | 6,28 | 0,0194 |
| E: Na ₂ SiO ₃ | 3954,63 | 1 | 3954,63 | 5,34 | 0,0297 |
| AA | 453,343 | 1 | 453,343 | 0,61 | 0,4499 |
| AB | 255,098 | 1 | 255,098 | 0,34 | 0,5689 |
| AC | 128,2 | 1 | 128,2 | 0,17 | 0,6854 |
| AD | 6,13375 | 1 | 6,13375 | 0,01 | 0,9292 |
| AE | 32,7848 | 1 | 32,7848 | 0,04 | 0,8373 |
| BB | 438,576 | 1 | 438,576 | 0,59 | 0,4572 |
| BC | 382,192 | 1 | 382,192 | 0,52 | 0,4870 |
| BD | 87,7481 | 1 | 87,7481 | 0,12 | 0,7373 |
| BE | 679,053 | 1 | 679,053 | 0,92 | 0,3579 |
| CC | 1737,45 | 1 | 1737,45 | 2,35 | 0,1387 |
| CD | 56,525 | 1 | 56,525 | 0,08 | 0,7876 |
| CE | 2691,03 | 1 | 2691,03 | 3,63 | 0,0686 |
| DD | 44,6912 | 1 | 44,6912 | 0,06 | 0,8106 |
| DE | 791,921 | 1 | 791,921 | 1,07 | 0,3114 |
| EE | 1421,92 | 1 | 1421,92 | 1,92 | 0,1786 |
| Erreur total | 17771,6 | 24 | 740,484 | | |
| Total (cor.) | 38858,0 | 44 | | | |
| R ² = 54,2652% | | | R ² (adj. pour d.f.) = 16,1529% | | |
| | | | | | |
| Coefficients de régression | | | | | |
| Intercepte | = 205,955 | | | | |
| A: Temps | = -3,5779 | | | | |
| B: Température | = -0,236908 | | | | |
| C: Rapport | = 3,06256 | | | | |
| D: Na ₂ SO ₃ | = -10,3656 | | | | |
| E: Na ₂ SiO ₃ | = 9,55521 | | | | |
| AA | = -3,39098 | | | | |
| AB | = 2,82344 | | | | |
| AC | = -2,00156 | | | | |
| AD | = 0,437813 | | | | |
| AE | = 1,01219 | | | | |
| BB | = -3,3353 | | | | |
| BC | = -3,45594 | | | | |
| BD | = 1,65594 | | | | |
| BE | = 4,60656 | | | | |
| CC | = 6,63848 | | | | |
| CD | = -1,32906 | | | | |
| CE | = 9,17031 | | | | |
| DD | = 1,06469 | | | | |
| DE | = 4,97469 | | | | |
| EE | = -6,00552 | | | | |

TABLEAU B.14 L'ANOVA et les coefficients de régression pour la longueur de rupture.

| Effet | Som. de carrés | DF | Moy. carré | Rapport-F | Valeur-P |
|-------------------------------------|----------------|----|--|-----------|----------|
| A: Temps | 0,333101 | 1 | 0,333101 | 4,71 | 0,0400 |
| B: Température | 1,45137 | 1 | 1,45137 | 20,54 | 0,0001 |
| C: Rapport | 0,75839 | 1 | 0,75839 | 10,73 | 0,0032 |
| D: Na ₂ SO ₃ | 4,16168 | 1 | 4,16168 | 58,90 | 0,0000 |
| E: Na ₂ SiO ₃ | 0,400476 | 1 | 0,400476 | 5,67 | 0,0256 |
| AA | 0,271149 | 1 | 0,271149 | 3,84 | 0,0618 |
| AB | 0,0512 | 1 | 0,0512 | 0,72 | 0,4120 |
| AC | 0,0325125 | 1 | 0,0325125 | 0,46 | 0,5112 |
| AD | 0,0128 | 1 | 0,0128 | 0,18 | 0,6787 |
| AE | 0,0153125 | 1 | 0,0153125 | 0,22 | 0,6507 |
| BB | 0,543412 | 1 | 0,543412 | 7,69 | 0,0106 |
| BC | 0,0072 | 1 | 0,0072 | 0,10 | 0,7557 |
| BD | 0,241512 | 1 | 0,241512 | 3,42 | 0,0768 |
| BE | 0,10125 | 1 | 0,10125 | 1,43 | 0,2430 |
| CC | 0,413213 | 1 | 0,413213 | 5,85 | 0,0235 |
| CD | 0,17405 | 1 | 0,17405 | 2,46 | 0,1296 |
| CE | 0,357013 | 1 | 0,357013 | 5,05 | 0,0340 |
| DD | 0,211297 | 1 | 0,211297 | 2,99 | 0,0966 |
| DE | 0,1922 | 1 | 0,1922 | 2,72 | 0,1121 |
| EE | 0,265399 | 1 | 0,265399 | 3,76 | 0,0645 |
| Erreur total | 1,69572 | 24 | 0,0706551 | | |
| Total (cor.) | 10,7203 | 44 | | | |
| R ² = 84,1821% | | | R ² (adj. pour d.f.) = 71,0005% | | |
| Coefficients de régression | | | | | |
| Intercepte | = 5,10702 | | | | |
| A: Temps | = 0,0876951 | | | | |
| B: Température | = 0,183053 | | | | |
| C: Rapport | = -0,132323 | | | | |
| D: Na ₂ SO ₃ | = 0,309971 | | | | |
| E: Na ₂ SiO ₃ | = 0,0961559 | | | | |
| AA | = -0,0829308 | | | | |
| AB | = 0,04 | | | | |
| AC | = -0,031875 | | | | |
| AD | = 0,02 | | | | |
| AE | = 0,021875 | | | | |
| BB | = -0,117402 | | | | |
| BC | = -0,015 | | | | |
| BD | = 0,086875 | | | | |
| BE | = 0,05625 | | | | |
| CC | = -0,102376 | | | | |
| CD | = -0,07375 | | | | |
| CE | = -0,105625 | | | | |
| DD | = -0,0732081 | | | | |
| DE | = 0,0775 | | | | |
| EE | = -0,0820469 | | | | |

TABLEAU B.15 L'ANOVA et les coefficients de régression pour l'indice d'éclatement.

| Effet | Som. de carrés | DF | Moy. carré | Rapport-F | Valeur-P |
|-------------------------------------|----------------|----|--|-----------|----------|
| A: Temps | 0,202211 | 1 | 0,202211 | 6,01 | 0,0219 |
| B: Température | 0,496951 | 1 | 0,496951 | 14,77 | 0,0008 |
| C: Rapport | 0,376726 | 1 | 0,376726 | 11,20 | 0,0027 |
| D: Na ₂ SO ₃ | 2,43216 | 1 | 2,43216 | 72,30 | 0,0000 |
| E: Na ₂ SiO ₃ | 0,368899 | 1 | 0,368899 | 10,97 | 0,0029 |
| AA | 0,174659 | 1 | 0,174659 | 5,19 | 0,0319 |
| AB | 0,0153125 | 1 | 0,0153125 | 0,46 | 0,5135 |
| AC | 0,0036125 | 1 | 0,0036125 | 0,11 | 0,7494 |
| AD | 0,0882 | 1 | 0,0882 | 2,62 | 0,1185 |
| AE | 0,0091125 | 1 | 0,0091125 | 0,27 | 0,6130 |
| BB | 0,165504 | 1 | 0,165504 | 4,92 | 0,0363 |
| BC | 0,0406125 | 1 | 0,0406125 | 1,21 | 0,2828 |
| BD | 0,08405 | 1 | 0,08405 | 2,50 | 0,1270 |
| BE | 0,0666125 | 1 | 0,0666125 | 1,98 | 0,1722 |
| CC | 0,139519 | 1 | 0,139519 | 4,15 | 0,0529 |
| CD | 0,19845 | 1 | 0,19845 | 5,90 | 0,0230 |
| CE | 0,108113 | 1 | 0,108113 | 3,21 | 0,0856 |
| DD | 0,147934 | 1 | 0,147934 | 4,40 | 0,0467 |
| DE | 0,125 | 1 | 0,125 | 3,72 | 0,0658 |
| EE | 0,0428597 | 1 | 0,0428597 | 1,27 | 0,2701 |
| Erreur total | 0,8073616 | 24 | 0,0336382 | | |
| Total (cor.) | 5,72426 | 44 | | | |
| R ² = 85,8966% | | | R ² (adj. pour d.f.) = 74,1437% | | |
| | | | | | |
| Coefficients de régression | | | | | |
| Intercepte | = 2,81261 | | | | |
| A: Temps | = 0,0683266 | | | | |
| B: Température | = 0,107113 | | | | |
| C: Rapport | = -0,093261 | | | | |
| D: Na ₂ SO ₃ | = 0,236965 | | | | |
| E: Na ₂ SiO ₃ | = 0,0922872 | | | | |
| AA | = -0,0665591 | | | | |
| AB | = 0,021875 | | | | |
| AC | = -0,010625 | | | | |
| AD | = 0,0525 | | | | |
| AE | = 0,016875 | | | | |
| BB | = -0,0647913 | | | | |
| BC | = -0,035625 | | | | |
| BD | = 0,05125 | | | | |
| BE | = 0,045625 | | | | |
| CC | = -0,059488 | | | | |
| CD | = -0,07875 | | | | |
| CE | = -0,058125 | | | | |
| DD | = -0,0612557 | | | | |
| DE | = 0,0625 | | | | |
| EE | = -0,0329714 | | | | |

TABLEAU B.16 L'ANOVA et les coefficients de régression pour l'indice de déchirure.

| Effet | Som. de carrés | DF | Moy. carré | Rapport-F | Valeur-P |
|-------------------------------------|----------------|----|--|-----------|----------|
| A: Temps | 0,182688 | 1 | 0,182688 | 4,64 | 0,0414 |
| B: Température | 0,160515 | 1 | 0,160515 | 4,08 | 0,0547 |
| C: Rapport | 1,34133 | 1 | 1,34133 | 34,09 | 0,0000 |
| D: Na ₂ SO ₃ | 1,84033 | 1 | 1,84033 | 46,77 | 0,0000 |
| E: Na ₂ SiO ₃ | 0,0908082 | 1 | 0,0908082 | 2,31 | 0,1418 |
| AA | 0,0785172 | 1 | 0,0785172 | 2,00 | 0,1706 |
| AB | 0,0882 | 1 | 0,0882 | 2,24 | 0,1474 |
| AC | 0,0001125 | 1 | 0,0001125 | 0,00 | 0,9584 |
| AD | 0,0153125 | 1 | 0,0153125 | 0,39 | 0,5452 |
| AE | 0,0465125 | 1 | 0,0465125 | 1,18 | 0,2877 |
| BB | 0,263482 | 1 | 0,263482 | 6,70 | 0,0161 |
| BC | 0,0325125 | 1 | 0,0325125 | 0,83 | 0,3820 |
| BD | 0,0000125 | 1 | 0,0000125 | 0,00 | 0,9861 |
| BE | 0,0003125 | 1 | 0,0003125 | 0,01 | 0,9307 |
| CC | 0,066569 | 1 | 0,066569 | 1,69 | 0,2057 |
| CD | 0,0072 | 1 | 0,0072 | 0,18 | 0,6772 |
| CE | 0,03645 | 1 | 0,03645 | 0,93 | 0,3556 |
| DD | 0,000374983 | 1 | 0,000374983 | 0,01 | 0,9241 |
| DE | 0,4418 | 1 | 0,4418 | 11,23 | 0,0027 |
| EE | 0,00129702 | 1 | 0,00129702 | 0,03 | 0,8594 |
| Erreur total | 0,944287 | 24 | 0,0393453 | | |
| Total (cor.) | 5,59318 | 44 | | | |
| R ² = 83,1172% | | | R ² (adj. pour d.f.) = 69,0481% | | |
| Coefficients de régression | | | | | |
| Intercepte | = 8,50254 | | | | |
| A: Temps | = -0,0649446 | | | | |
| B: Température | = -0,060876 | | | | |
| C: Rapport | = 0,175977 | | | | |
| D: Na ₂ SO ₃ | = -0,206127 | | | | |
| E: Na ₂ SiO ₃ | = -0,0457878 | | | | |
| AA | = 0,0446267 | | | | |
| AB | = -0,0525 | | | | |
| AC | = 0,001875 | | | | |
| AD | = 0,021875 | | | | |
| AE | = 0,038125 | | | | |
| BB | = 0,0817499 | | | | |
| BC | = 0,031875 | | | | |
| BD | = 0,000625 | | | | |
| BE | = -0,003125 | | | | |
| CC | = 0,0410912 | | | | |
| CD | = 0,015 | | | | |
| CE | = 0,03375 | | | | |
| DD | = 0,00308403 | | | | |
| DE | = -0,1175 | | | | |
| EE | = 0,00573569 | | | | |

TABLEAU B.17 L'ANOVA et les coefficients de régression pour l'indice d'égouttage.

| Effet | Som. de carrés | DF | Moy. carré | Rapport-F | Valeur-P |
|-------------------------------------|----------------|----|--|-----------|----------|
| A: Temps | 623,009 | 1 | 623,009 | 2,19 | 0,1521 |
| B: Température | 242,756 | 1 | 242,756 | 0,85 | 0,3748 |
| C: Rapport | 265,266 | 1 | 265,266 | 0,93 | 0,3543 |
| D: Na ₂ SO ₃ | 0,124553 | 1 | 0,124553 | 0,00 | 0,9837 |
| E: Na ₂ SiO ₃ | 463,763 | 1 | 463,763 | 1,63 | 0,2141 |
| AA | 569,148 | 1 | 569,148 | 2,00 | 0,1703 |
| AB | 84,5 | 1 | 84,5 | 0,30 | 0,5967 |
| AC | 0,5 | 1 | 0,5 | 0,00 | 0,9674 |
| AD | 12,5 | 1 | 12,5 | 0,04 | 0,8380 |
| AE | 0,125 | 1 | 0,125 | 0,00 | 0,9837 |
| BB | 335,144 | 1 | 335,144 | 1,18 | 0,2888 |
| BC | 392,0 | 1 | 392,0 | 1,38 | 0,2522 |
| BD | 128,0 | 1 | 128,0 | 0,45 | 0,5161 |
| BE | 21,125 | 1 | 21,125 | 0,07 | 0,7906 |
| CC | 4,96243 | 1 | 4,96243 | 0,02 | 0,8975 |
| CD | 162,0 | 1 | 162,0 | 0,57 | 0,4660 |
| CE | 465,125 | 1 | 465,125 | 1,63 | 0,2135 |
| DD | 623,341 | 1 | 623,341 | 2,19 | 0,1520 |
| DE | 3655,13 | 1 | 3655,13 | 12,83 | 0,0015 |
| EE | 1145,59 | 1 | 1145,59 | 4,02 | 0,0536 |
| Erreur total | 6835,19 | 24 | 284,799 | | |
| Total (cor.) | 15301,8 | 44 | | | |
| R ² = 55,3308% | | | R ² (adj. pour d.f.) = 18,1064% | | |
| | | | | | |
| Coefficients de régression | | | | | |
| Intercepte | = 254,36 | | | | |
| A: Temps | = -3,79258 | | | | |
| B: Température | = -2,3674 | | | | |
| C: Rapport | = 2,47473 | | | | |
| D: Na ₂ SO ₃ | = 0,0536246 | | | | |
| E: Na ₂ SiO ₃ | = -3,27217 | | | | |
| AA | = -3,79949 | | | | |
| AB | = -1,625 | | | | |
| AC | = 0,125 | | | | |
| AD | = -0,625 | | | | |
| AE | = 0,0625 | | | | |
| BB | = -2,9156 | | | | |
| BC | = 3,5 | | | | |
| BD | = 2,0 | | | | |
| BE | = -0,8125 | | | | |
| CC | = 0,35478 | | | | |
| CD | = 2,25 | | | | |
| CE | = 3,8125 | | | | |
| DD | = -3,97626 | | | | |
| DE | = -10,6875 | | | | |
| EE | = -5,39048 | | | | |

TABLEAU B.18 L'ANOVA et les coefficients de régression pour le temps de drainage.

| Effet | Som. de carrés | DF | Moy. carré | Rapport-F | Valeur-P |
|-------------------------------------|----------------|----|--|-----------|----------|
| A: Temps | 0,235699 | 1 | 0,235699 | 1,64 | 0,2123 |
| B: Température | 0,75753 | 1 | 0,75753 | 5,28 | 0,0306 |
| C: Rapport | 1,28207 | 1 | 1,28207 | 8,93 | 0,0064 |
| D: Na ₂ SO ₃ | 1,0613 | 1 | 1,0613 | 7,39 | 0,0120 |
| E: Na ₂ SiO ₃ | 0,880224 | 1 | 0,880224 | 6,13 | 0,0207 |
| AA | 0,0262917 | 1 | 0,0262917 | 0,18 | 0,6770 |
| AB | 0,0325125 | 1 | 0,0325125 | 0,23 | 0,6434 |
| AC | 0,0002 | 1 | 0,0002 | 0,00 | 0,9709 |
| AD | 0,0045125 | 1 | 0,0045125 | 0,03 | 0,8626 |
| AE | 0,0528125 | 1 | 0,0528125 | 0,37 | 0,5562 |
| BB | 0,0300145 | 1 | 0,0300145 | 0,21 | 0,6564 |
| BC | 0,12005 | 1 | 0,12005 | 0,84 | 0,3792 |
| BD | 0,0078125 | 1 | 0,0078125 | 0,05 | 0,8200 |
| BE | 0,0045125 | 1 | 0,0045125 | 0,03 | 0,8626 |
| CC | 0,0319683 | 1 | 0,0319683 | 0,22 | 0,6462 |
| CD | 0,1568 | 1 | 0,1568 | 1,09 | 0,3063 |
| CE | 0,78125 | 1 | 0,78125 | 5,44 | 0,0283 |
| DD | 0,0220958 | 1 | 0,0220958 | 0,15 | 0,7024 |
| DE | 0,0528125 | 1 | 0,0528125 | 0,37 | 0,5562 |
| EE | 0,000238679 | 1 | 0,000238679 | 0,00 | 0,9682 |
| Erreur total | 3,4444 | 24 | 0,143517 | | |
| Total (cor.) | 9,02392 | 44 | | | |
| R ² = 61,8303% | | | R ² (adj. pour d.f.) = 30,0223% | | |
| | | | | | |
| Coefficients de régression | | | | | |
| Intercepte | = 6,44078 | | | | |
| A: Temps | = 0,0737677 | | | | |
| B: Température | = 0,132248 | | | | |
| C: Rapport | = -0,172045 | | | | |
| D: Na ₂ SO ₃ | = 0,156533 | | | | |
| E: Na ₂ SiO ₃ | = 0,142556 | | | | |
| AA | = -0,0258239 | | | | |
| AB | = -0,031875 | | | | |
| AC | = -0,0025 | | | | |
| AD | = 0,011875 | | | | |
| AE | = -0,040625 | | | | |
| BB | = -0,0275917 | | | | |
| BC | = -0,06125 | | | | |
| BD | = -0,015625 | | | | |
| BE | = -0,011875 | | | | |
| CC | = -0,0284756 | | | | |
| CD | = 0,07 | | | | |
| CE | = -0,15625 | | | | |
| DD | = 0,0236738 | | | | |
| DE | = 0,040625 | | | | |
| EE | = 0,00246048 | | | | |

TABLEAU B.19 L'ANOVA et les coefficients de régression pour l'indice de rétention de l'eau.

| Effet | Som. de carrés | DF | Moy. carré | Rapport-F | Valeur-P |
|-------------------------------------|----------------|----|--|-----------|----------|
| A: Temps | 474,158 | 1 | 474,158 | 1,24 | 0,2756 |
| B: Température | 221,786 | 1 | 221,786 | 0,58 | 0,4610 |
| C: Rapport | 2125,26 | 1 | 2125,26 | 5,58 | 0,0266 |
| D: Na ₂ SO ₃ | 385,598 | 1 | 385,598 | 1,01 | 0,3244 |
| E: Na ₂ SiO ₃ | 52,3342 | 1 | 52,3342 | 0,14 | 0,7181 |
| AA | 1,14422 | 1 | 1,14422 | 0,00 | 0,9573 |
| AB | 1,28 | 1 | 1,28 | 0,00 | 0,9549 |
| AC | 138,611 | 1 | 138,611 | 0,36 | 0,5584 |
| AD | 75,645 | 1 | 75,645 | 0,20 | 0,6646 |
| AE | 36,125 | 1 | 36,125 | 0,09 | 0,7641 |
| BB | 0,76174 | 1 | 0,76174 | 0,00 | 0,9652 |
| BC | 25,5613 | 1 | 25,5613 | 0,07 | 0,8006 |
| BD | 84,5 | 1 | 84,5 | 0,22 | 0,6469 |
| BE | 0,5 | 1 | 0,5 | 0,00 | 0,9718 |
| CC | 732,69 | 1 | 732,69 | 1,92 | 0,1783 |
| CD | 0,28125 | 1 | 0,28125 | 0,00 | 0,9788 |
| CE | 145,351 | 1 | 145,351 | 0,38 | 0,5491 |
| DD | 7,47831 | 1 | 7,47831 | 0,02 | 0,8912 |
| DE | 2,88 | 1 | 2,88 | 0,01 | 0,9324 |
| EE | 1503,77 | 1 | 1503,77 | 3,95 | 0,0585 |
| Erreur total | 9143,67 | 24 | 380,986 | | |
| Total (cor.) | 15586,3 | 44 | | | |
| R ² = 41,3353% | | | R ² (adj. pour d.f.) = 0,0% | | |
| | | | | | |
| Coefficients de régression | | | | | |
| Intercepte | = 207,442 | | | | |
| A: Temps | = 3,30864 | | | | |
| B: Température | = 2,26284 | | | | |
| C: Rapport | = -7,00476 | | | | |
| D: Na ₂ SO ₃ | = 2,9837 | | | | |
| E: Na ₂ SiO ₃ | = 1,09921 | | | | |
| AA | = -0,17036 | | | | |
| AB | = -0,2 | | | | |
| AC | = -2,08125 | | | | |
| AD | = -1,5375 | | | | |
| AE | = 1,0625 | | | | |
| BB | = 0,139 | | | | |
| BC | = 0,89375 | | | | |
| BD | = 1,625 | | | | |
| BE | = -0,125 | | | | |
| CC | = 4,31095 | | | | |
| CD | = -0,09375 | | | | |
| CE | = -2,13125 | | | | |
| DD | = -0,435526 | | | | |
| DE | = -0,3 | | | | |
| EE | = 6,17595 | | | | |

TABLEAU B.20 L'ANOVA et les coefficients de régression pour la densité.

| Effet | Som. de carrés | DF | Moy. carré | Rapport-F | Valeur-P |
|-------------------------------------|----------------|----|--|-----------|----------|
| A: Temps | 757,941 | 1 | 757,941 | 4,17 | 0,0523 |
| B: Température | 4925,76 | 1 | 4925,76 | 27,11 | 0,0000 |
| C: Rapport | 8719,62 | 1 | 8719,62 | 47,98 | 0,0000 |
| D: Na ₂ SO ₃ | 13359,6 | 1 | 13359,6 | 73,52 | 0,0000 |
| E: Na ₂ SiO ₃ | 3781,41 | 1 | 3781,41 | 20,81 | 0,0001 |
| AA | 24,1088 | 1 | 24,1088 | 0,13 | 0,7227 |
| AB | 64,6953 | 1 | 64,6953 | 0,36 | 0,5626 |
| AC | 258,213 | 1 | 258,213 | 1,42 | 0,2449 |
| AD | 414,0 | 1 | 414,0 | 2,28 | 0,1443 |
| AE | 32,6028 | 1 | 32,6028 | 0,18 | 0,6801 |
| BB | 812,058 | 1 | 812,058 | 4,47 | 0,0451 |
| BC | 1054,55 | 1 | 1054,55 | 5,80 | 0,0240 |
| BD | 339,953 | 1 | 339,953 | 1,87 | 0,1841 |
| BE | 2,36531 | 1 | 2,36531 | 0,01 | 0,9113 |
| CC | 278,084 | 1 | 278,084 | 1,53 | 0,2280 |
| CD | 837,428 | 1 | 837,428 | 4,61 | 0,0421 |
| CE | 2040,01 | 1 | 2040,01 | 11,23 | 0,0027 |
| DD | 95,922 | 1 | 95,922 | 0,53 | 0,4822 |
| DE | 631,013 | 1 | 631,013 | 3,47 | 0,0747 |
| EE | 3,06178 | 1 | 3,06178 | 0,02 | 0,8992 |
| Erreur total | 4361,22 | 24 | 181,717 | | |
| Total (cor.) | 42719,4 | 44 | | | |
| R ² = 89,791% | | | R ² (adj. pour d.f.) = 81,2835% | | |
| Coefficients de régression | | | | | |
| Intercepte | = 412,595 | | | | |
| A: Temps | = 4,18317 | | | | |
| B: Température | = 10,6641 | | | | |
| C: Rapport | = -14,1885 | | | | |
| D: Na ₂ SO ₃ | = 17,5624 | | | | |
| E: Na ₂ SiO ₃ | = 9,3436 | | | | |
| AA | = -0,781988 | | | | |
| AB | = 1,42187 | | | | |
| AC | = -2,84063 | | | | |
| AD | = 3,59687 | | | | |
| AE | = -1,00937 | | | | |
| BB | = -4,53851 | | | | |
| BC | = -5,74063 | | | | |
| BD | = 3,25937 | | | | |
| BE | = -0,271875 | | | | |
| CC | = -2,65583 | | | | |
| CD | = -5,11563 | | | | |
| CE | = -7,98438 | | | | |
| DD | = -1,55981 | | | | |
| DE | = 4,44062 | | | | |
| EE | = 0,278676 | | | | |

TABLEAU B.21 L'ANOVA et les coefficients de régression pour la porosité.

| Effet | Som. de carrés | DF | Moy. carré | Rapport-F | Valeur-P |
|-------------------------------------|----------------|----|--|-----------|----------|
| A: Temps | 191639,0 | 1 | 191639,0 | 4,65 | 0,0414 |
| B: Température | 713532,0 | 1 | 713532,0 | 17,30 | 0,0004 |
| C: Rapport | 1,00827E6 | 1 | 1,00827E6 | 24,44 | 0,0000 |
| D: Na ₂ SO ₃ | 1,02294E6 | 1 | 1,02294E6 | 24,80 | 0,0000 |
| E: Na ₂ SiO ₃ | 1269,78 | 1 | 1269,78 | 0,03 | 0,8641 |
| AA | 178544,0 | 1 | 178544,0 | 4,33 | 0,0483 |
| AB | 11590,0 | 1 | 11590,0 | 0,28 | 0,6066 |
| AC | 47509,0 | 1 | 47509,0 | 1,15 | 0,2939 |
| AD | 13162,5 | 1 | 13162,5 | 0,32 | 0,5834 |
| AE | 24808,8 | 1 | 24808,8 | 0,60 | 0,4538 |
| BB | 307001,0 | 1 | 307001,0 | 7,44 | 0,0117 |
| BC | 94939,0 | 1 | 94939,0 | 2,30 | 0,1423 |
| BD | 504,031 | 1 | 504,031 | 0,01 | 0,9141 |
| BE | 7230,03 | 1 | 7230,03 | 0,18 | 0,6836 |
| CC | 309466,0 | 1 | 309466,0 | 7,50 | 0,0114 |
| CD | 112694,0 | 1 | 112694,0 | 2,73 | 0,1114 |
| CE | 302448,0 | 1 | 302448,0 | 7,33 | 0,0123 |
| DD | 157180,0 | 1 | 157180,0 | 3,81 | 0,0627 |
| DE | 445332,0 | 1 | 445332,0 | 10,80 | 0,0031 |
| EE | 36101,5 | 1 | 36101,5 | 0,88 | 0,3688 |
| Erreur total | 990080,0 | 24 | 41253,3 | | |
| Total (cor.) | 5,48821E6 | 44 | | | |
| R ² = 81,9599% | | | R ² (adj. pour d.f.) = 66,9264% | | |
| Coefficients de régression | | | | | |
| Intercepte | = 826,379 | | | | |
| A: Temps | = -66,5165 | | | | |
| B: Température | = -128,349 | | | | |
| C: Rapport | = 152,573 | | | | |
| D: Na ₂ SO ₃ | = -153,675 | | | | |
| E: Na ₂ SiO ₃ | = -5,41442 | | | | |
| AA | = 67,2953 | | | | |
| AB | = -19,0312 | | | | |
| AC | = 38,5313 | | | | |
| AD | = -20,2813 | | | | |
| AE | = 27,8438 | | | | |
| BB | = 88,2434 | | | | |
| BC | = 54,4688 | | | | |
| BD | = -3,96875 | | | | |
| BE | = 15,0312 | | | | |
| CC | = 88,5969 | | | | |
| CD | = 59,3438 | | | | |
| CE | = 97,2188 | | | | |
| DD | = 63,141 | | | | |
| DE | = -117,969 | | | | |
| EE | = 30,2604 | | | | |

TABLEAU B.22 L'ANOVA et les coefficients de régression pour le contenu sulfonique.

| Effet | Som. de carrés | DF | Moy. carré | Rapport-F | Valeur-P |
|-------------------------------------|----------------|----|--|-----------|----------|
| A: Temps | 241,735 | 1 | 241,735 | 2,67 | 0,1151 |
| B: Température | 281,396 | 1 | 281,396 | 3,11 | 0,0905 |
| C: Rapport | 577,702 | 1 | 577,702 | 6,39 | 0,0185 |
| D: Na ₂ SO ₃ | 8802,74 | 1 | 8802,74 | 97,34 | 0,0000 |
| E: Na ₂ SiO ₃ | 299,134 | 1 | 299,134 | 3,31 | 0,0815 |
| AA | 12,3872 | 1 | 12,3872 | 0,14 | 0,7185 |
| AB | 69,62 | 1 | 69,62 | 0,77 | 0,3982 |
| AC | 16,82 | 1 | 16,82 | 0,19 | 0,6747 |
| AD | 132,031 | 1 | 132,031 | 1,46 | 0,2387 |
| AE | 19,845 | 1 | 19,845 | 0,22 | 0,6486 |
| BB | 36,2043 | 1 | 36,2043 | 0,40 | 0,5396 |
| BC | 11,52 | 1 | 11,52 | 0,13 | 0,7280 |
| BD | 82,5613 | 1 | 82,5613 | 0,91 | 0,3590 |
| BE | 278,48 | 1 | 278,48 | 3,08 | 0,0920 |
| CC | 24,0788 | 1 | 24,0788 | 0,27 | 0,6160 |
| CD | 448,501 | 1 | 448,501 | 4,96 | 0,0356 |
| CE | 134,48 | 1 | 134,48 | 1,49 | 0,2345 |
| DD | 90,5053 | 1 | 90,5053 | 1,00 | 0,3271 |
| DE | 127,201 | 1 | 127,201 | 1,41 | 0,2472 |
| EE | 11,9996 | 1 | 11,9996 | 0,13 | 0,7227 |
| Erreur total | 2170,35 | 24 | 90,4312 | | |
| Total (cor.) | 13793,7 | 44 | | | |
| R ² = 84,2656% | | | R ² (adj. pour d.f.) = 71,1536% | | |
| Coefficients de régression | | | | | |
| Intercepte | = 49,3857 | | | | |
| A: Temps | = 2,36242 | | | | |
| B: Température | = 2,54886 | | | | |
| C: Rapport | = -3,65207 | | | | |
| D: Na ₂ SO ₃ | = 14,256 | | | | |
| E: Na ₂ SiO ₃ | = 2,62797 | | | | |
| AA | = -0,56053 | | | | |
| AB | = -1,475 | | | | |
| AC | = 0,725 | | | | |
| AD | = 2,03125 | | | | |
| AE | = 0,7875 | | | | |
| BB | = -0,958279 | | | | |
| BC | = -0,6 | | | | |
| BD | = 1,60625 | | | | |
| BE | = 2,95 | | | | |
| CC | = -0,781502 | | | | |
| CD | = -3,74375 | | | | |
| CE | = -2,05 | | | | |
| DD | = -1,51513 | | | | |
| DE | = 1,99375 | | | | |
| EE | = -0,551691 | | | | |

TABLEAU B.23 L'ANOVA et les coefficients de régression pour le contenu carboxylique.

| Effet | Som. de carrés | DF | Moy. carré | Rapport-F | Valeur-P |
|-------------------------------------|----------------|----|--|-----------|----------|
| A: Temps | 37,2798 | 1 | 37,2798 | 0,47 | 0,5078 |
| B: Température | 9,85409 | 1 | 9,85409 | 0,12 | 0,7319 |
| C: Rapport | 479,355 | 1 | 479,355 | 6,02 | 0,0218 |
| D: Na ₂ SO ₃ | 2018,71 | 1 | 2018,71 | 25,33 | 0,0000 |
| E: Na ₂ SiO ₃ | 39,6128 | 1 | 39,6128 | 0,50 | 0,4950 |
| AA | 508,821 | 1 | 508,821 | 6,39 | 0,0185 |
| AB | 89,78 | 1 | 89,78 | 1,13 | 0,2991 |
| AC | 38,2813 | 1 | 38,2813 | 0,48 | 0,5022 |
| AD | 15,68 | 1 | 15,68 | 0,20 | 0,6660 |
| AE | 26,2813 | 1 | 26,2813 | 0,33 | 0,5772 |
| BB | 285,481 | 1 | 285,481 | 3,58 | 0,0705 |
| BC | 3,51125 | 1 | 3,51125 | 0,04 | 0,8377 |
| BD | 9,68 | 1 | 9,68 | 0,12 | 0,7342 |
| BE | 215,281 | 1 | 215,281 | 2,70 | 0,1133 |
| CC | 1,06084 | 1 | 1,06084 | 0,01 | 0,9103 |
| CD | 17,1113 | 1 | 17,1113 | 0,21 | 0,6522 |
| CE | 80,645 | 1 | 80,645 | 1,01 | 0,3245 |
| DD | 238,801 | 1 | 238,801 | 3,00 | 0,0963 |
| DE | 215,281 | 1 | 215,281 | 2,70 | 0,1133 |
| EE | 5,81273 | 1 | 5,81273 | 0,07 | 0,7923 |
| Erreur total | 1912,55 | 24 | 79,6895 | | |
| Total (cor.) | 6118,35 | 44 | | | |
| R ² = 68,7408% | | | R ² (adj. pour d.f.) = 42,6914% | | |
| | | | | | |
| Coefficients de régression | | | | | |
| Intercepte | = 149,489 | | | | |
| A: Temps | = 0,927736 | | | | |
| B: Température | = 0,476975 | | | | |
| C: Rapport | = -3,32672 | | | | |
| D: Na ₂ SO ₃ | = 6,82691 | | | | |
| E: Na ₂ SiO ₃ | = 0,956325 | | | | |
| AA | = -3,59248 | | | | |
| AB | = 1,675 | | | | |
| AC | = -1,09375 | | | | |
| AD | = 0,7 | | | | |
| AE | = -0,90625 | | | | |
| BB | = -2,69092 | | | | |
| BC | = 0,33125 | | | | |
| BD | = 0,55 | | | | |
| BE | = -2,59375 | | | | |
| CC | = 0,164035 | | | | |
| CD | = -0,73125 | | | | |
| CE | = -1,5875 | | | | |
| DD | = -2,46111 | | | | |
| DE | = -2,59375 | | | | |
| EE | = -0,383974 | | | | |

TABLEAU B.24 L'ANOVA et les coefficients de régression pour le contenu ionique total.

| Effet | Som. de carrés | DF | Moy. carré | Rapport-F | Valeur-P |
|-------------------------------------|----------------|----|--|-----------|----------|
| A: Temps | 468,875 | 1 | 468,875 | 10,23 | 0,0039 |
| B: Température | 396,567 | 1 | 396,567 | 8,56 | 0,0071 |
| C: Rapport | 2109,53 | 1 | 2109,53 | 46,04 | 0,0000 |
| D: Na ₂ SO ₃ | 19252,4 | 1 | 19252,4 | 420,15 | 0,0000 |
| E: Na ₂ SiO ₃ | 556,457 | 1 | 556,457 | 12,14 | 0,0019 |
| AA | 679,989 | 1 | 679,989 | 14,84 | 0,0008 |
| AB | 1,28 | 1 | 1,28 | 0,03 | 0,8704 |
| AC | 4,35125 | 1 | 4,35125 | 0,09 | 0,7639 |
| AD | 238,711 | 1 | 238,711 | 5,21 | 0,0316 |
| AE | 0,45125 | 1 | 0,45125 | 0,01 | 0,9228 |
| BB | 525,013 | 1 | 525,013 | 11,46 | 0,0024 |
| BC | 2,31125 | 1 | 2,31125 | 0,05 | 0,8266 |
| BD | 148,781 | 1 | 148,781 | 3,25 | 0,0841 |
| BE | 4,06125 | 1 | 4,06125 | 0,09 | 0,7716 |
| CC | 15,0315 | 1 | 15,0315 | 0,33 | 0,5782 |
| CD | 640,82 | 1 | 640,82 | 13,98 | 0,0010 |
| CE | 423,405 | 1 | 423,405 | 9,24 | 0,0056 |
| DD | 623,332 | 1 | 623,332 | 13,60 | 0,0012 |
| DE | 11,52 | 1 | 11,52 | 0,25 | 0,6260 |
| EE | 34,5157 | 1 | 34,5157 | 0,75 | 0,4032 |
| Erreur total | 1099,75 | 24 | 45,8229 | | |
| Total (cor.) | 26685,3 | 44 | | | |
| R ² = 95,8788% | | | R ² (adj. pour d.f.) = 92,4445% | | |
| Coefficients de régression | | | | | |
| Intercepte | = 198,874 | | | | |
| A: Temps | = 3,29015 | | | | |
| B: Température | = 3,02584 | | | | |
| C: Rapport | = -6,97879 | | | | |
| D: Na ₂ SO ₃ | = 21,0829 | | | | |
| E: Na ₂ SiO ₃ | = 3,58429 | | | | |
| AA | = -4,15301 | | | | |
| AB | = 0,2 | | | | |
| AC | = -0,36875 | | | | |
| AD | = 2,73125 | | | | |
| AE | = -0,11875 | | | | |
| BB | = -3,6492 | | | | |
| BC | = -0,26875 | | | | |
| BD | = 2,15625 | | | | |
| BE | = 0,35625 | | | | |
| CC | = -0,617467 | | | | |
| CD | = -4,475 | | | | |
| CE | = -3,6375 | | | | |
| DD | = -3,97624 | | | | |
| DE | = -0,6 | | | | |
| EE | = -0,935666 | | | | |

ANNEXE C

LES ARTICLES PUBLIÉS ET SOUMIS

1. Ruzinsky, F., Kokta, B. V. et Garceau, J. J., "Steam explosion pulping and classical ultra high-yield pulping processes using the Na_2SO_3 - MgCO_3 system", Nordic Pulp and Paper Research Journal, 10 (1):74-79,61, (1995).
2. Ruzinsky, F., Tomasec, M., Kokta, B. V. et Garceau, J. J., "Relation between ultra-high yield aspen pulp properties and fiber characteristics by multiple linear regression", Cellulose Chemistry and Technology, 30 (3-4):267-279, (1996).
3. Ruzinsky, F. et Kokta, B. V., "Application of steam explosion process in deinking of newspapers: Effect of cooking parameters on mechanical and optical properties", Progress in Paper Recycling, 7 (3):47-54, (1998).
4. Ruzinsky, F., Sukhov, D. A. et Kokta, B. V., "Effect of steam explosion on paper properties", Progress in Paper Recycling, 8 (4):25-32, (1999).
5. Ruzinsky, F. et Kokta, B. V., "Comparing steam explosion deinking with conventional deinking processes", Progress in Paper Recycling, 9 (2):30-39, (2000).
6. Ruzinsky, F. et Kokta, B. V., "Deinking of newspapers assisted by steam explosion", Tappi Journal, (accepté en Avril 2000).
7. Ruzinsky, F. et Kokta, B. V., "High-yield pulping of switchgrass using the Na_2SO_3 - MgCO_3 system", Cellulose Chemistry and Technology, (accepté pour l'an 2000).